

ICS 71 060 20
G 13
备案号:20509—2007

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3927—2007

工业活性氧化铝

Activated aluminium oxide for industrial use

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。
本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。
本标准主要起草单位:天津化工研究设计院、萍乡市环球化工填料有限公司。
本标准参加起草单位:淄博博洋化工有限公司、温州精晶氧化铝有限公司、杭州杭氧股份有限公司。
本标准主要起草人:李光明、胡自斌、胡建林、陈峥、李旭东、徐进发、林秀娜。

工业活性氧化铝

1 范围

本标准规定了工业活性氧化铝的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业活性氧化铝。该产品用于炼油、化肥、石化、天然气、制氧和化工等行业，主要用作气体和液体吸附剂、吸氟剂、吸氯剂、干燥剂和催化剂载体等。

分子式： $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ($n < 1$)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版本均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- GB/T 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780 : 1997)
- GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛(eqv ISO 3310 1 : 1990)
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696 : 1987)
- HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备
- HG/T 3696 3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分类

- 工业活性氧化铝分为六类：
- 吸附剂——通用型，用于各种烃类气体、天然气、石油裂解气等的吸附、脱水等。
- 除氟剂——用于饮用水、工业水的除氟。
- 再生剂——用于蒽醌法生产双氧水。
- 脱氯剂——用于各种气体及黏性树脂等液体的脱氯。
- 催化剂载体——用作各种催化剂载体。
- 空分干燥剂——空分专用干燥剂。

4 要求

- 4.1 外观：白色球状或柱状。
- 4.2 工业活性氧化铝应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		指 标					
		吸附剂	除氟剂	再生剂	脱氯剂	催化剂载体	空分干燥剂
三氧化二铝质量分数/%		≥ 90	90	92	90	93	88
灼烧失量/%		≤ 8	8	8	8	8	9
振实密度/(g/cm³)		≥ 0.65	0.70	0.65	0.60	0.50	0.60
比表面积/(m²/g)		≥ 280	280	200	300	200	300
孔容/(cm³/g)		≥ 0.35	0.35	0.40	0.35	0.40	0.35
静态吸附量(60 %湿度)/%		≥ 12	12	—	10	—	17
吸水率/%		≥ —	—	50	—	40	—
磨损率/%		≤ 0.5	0.5	0.4	0.5	1	0.5
抗压强度/(N/颗)	≥ 粒径 0.5~2 mm	10					
	粒径 1~2.5 mm	35					
	粒径 2~4 mm	50					
	粒径 3~5 mm	100					
	粒径 4~6 mm	130					
	粒径 5~7 mm	150					
	粒径 6~8 mm	200					
	粒径 8~10 mm	250					
粒度合格率/%		≥	90				

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5.2 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观判别

在自然光条件下,用目视法判别。

5.4 三氧化二铝含量的测定

5.4.1 方法提要

铝离子与已知过量的乙二胺四乙酸二钠标准溶液(EDTA)进行络合,形成稳定的 Al-EDTA 络合物,过剩的 EDTA 在 pH=5 条件下,以二甲酚橙做指示剂,用氯化锌标准滴定溶液回滴至终点。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 六次甲基四胺。

5.4.2.2 硫酸溶液:1+1。

5.4.2.3 盐酸溶液:1+4。

- 5 4.2 4 氨水溶液:1+9。
- 5 4 2 5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})\approx 0.05\text{ mol/L}$ 。
- 5 4 2 6 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)\approx 0.05\text{ mol/L}$ 。
- 5 4 2 7 二甲酚橙指示液:2 g/L。

5 4 3 分析步骤

5 4 3 1 试验溶液的制备

称取已研细并经 $(250\pm 10)^\circ\text{C}$ 烘干2 h的约0.5 g试样,精确至0.000 2 g,置于150 mL烧杯中。慢慢加入少量水,搅拌至糊状。再加入10 mL硫酸溶液,移至电炉上加热溶解至透明,取下冷却。移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5 4 3 2 测定

用移液管移取10 mL试验溶液,置于300 mL锥形瓶中。准确加入30 mL EDTA标准溶液,用水冲洗瓶壁。加入六滴二甲酚橙指示液,用氨水溶液调至溶液呈紫红色,移至电炉上加热煮沸1 min,取下冷却(若氨水溶液过量,再用盐酸溶液调呈亮黄色再过一滴)。加1.5 g六次甲基四胺,用氯化锌标准滴定溶液滴定至出现玫瑰红色即为终点。

5 4 4 结果计算

三氧化二铝含量以三氧化二铝(Al_2O_3)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) M \times 10^{-3}}{m(10/100)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L),
- V_1 ——加入EDTA标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_2 ——氯化锌标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——滴定所消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g),
- M ——三氧化二铝($1/2\text{Al}_2\text{O}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=50.98$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2 %。

5 5 灼烧失量的测定

5 5 1 方法提要

样品在 800°C 灼烧一定时间,称量灼烧前后的量,得到样品的灼烧失量。

5 5 2 仪器

马弗炉:温度能控制在 $(800\pm 10)^\circ\text{C}$ 。

5 5 3 分析步骤

称取经 $(250\pm 10)^\circ\text{C}$ 烘干至质量恒定的试样约1.5 g,精确至0.000 2 g。置于已于 $(800\pm 10)^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中。在马弗炉中于 $(800\pm 10)^\circ\text{C}$ 下灼烧2 h,于干燥器中冷却后,称量。

5 5 4 结果计算

灼烧失量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_1 ——试料灼烧后的质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2 %。

5 6 振实密度的测定

5 6 1 方法提要

振实密度的测定方法 振实的活性氧化铝质量和其相应的体积之比。

5 6 2 分析步骤

选用 $(250 \pm 10)^\circ\text{C}$ 下烘干 3 h 或刚活化于干燥器中冷却至恒重的样品,装入干燥的 100 mL 量筒中,装至近 100 mL 处,塞上橡皮塞,在垫有胶皮板的桌面上倾斜 15° 反复振实至体积不变,记录体积数,并称量样品的质量,精确至 0.01 g。

5 6 3 结果计算

振实密度以 ρ 计,数值以 g/cm^3 表示,按公式(3)计算

$$\rho = \frac{m}{V} \quad \dots \quad (3)$$

式中

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V ——振实后试料的体积的数值,单位为立方厘米(cm^3)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 $0.02 \text{ g}/\text{cm}^3$ 。

5 7 比表面积测定

5 7 1 仪器法(仲裁法)

分析步骤 称取已在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘干 3 h 的约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,将样品在脱气站进行脱气处理,保证样品的真空度达到仪器要求。样品处理完毕后,移到分析站检测,在 20 h 内完成分析。打印报告。

5 7 2 重量法

5 7 2 1 方法提要

采用乙醇和二甘醇混合液,使乙醇的相对压力 P/P_0 在 0.05~0.35 之间进行吸附,吸附后采用 BET 方程处理,可得其比表面积,BET 吸附公式如下

$$\frac{P/P_0}{a(1-P/P_0)} = \frac{1+(C-1)(P/P_0)}{amC}$$

式中

(P/P_0) ——乙醇的相对压力,

a ——与 P/P_0 对应的平衡吸附量的质量数值,单位为克(g);

am ——1 g 吸附剂单分子层饱和吸附量的数值,单位为克每克(g/g),

C ——与吸附热有关的常数。

将 $(p/p_0)/a(1-p/p_0)$ 对 P/P_0 做图得一直线,从直线的斜率和截距可求出 am 。 $am = 1/(\text{斜率} + \text{截距})$ 。

5 7 2 2 试剂

乙醇和二甘醇混合溶液 折光指数 $n_D^{25} = 1.4350 \sim 1.4355$,相对压力 (P/P_0) 为 0.2095。于 500 mL 容量瓶中加入 70 mL 无水乙醇和 430 mL 二甘醇,摇匀。

5 7 2 3 仪器

5 7 2 3 1 旋片式真空泵。

5 7 2 3 2 真空表,0 MPa~0.1 MPa,精度 1.5 级。

5 7 2 3 3 称量瓶, $\phi 25 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$ 。

5 7 2 3 4 电热恒温干燥箱,温度能控制在 $(250 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

5 7 2 4 分析步骤

按图 1 将仪器连接好,用已质量恒定的称量瓶称取约 0.3 g 试样,置于电热恒温干燥箱内,于

(250±10)℃烘干4 h,称量瓶在干燥器中冷却后称量,精确至0.000 2 g。将称量瓶打开盖一起放入真空干燥器的筛板上,盖上真空干燥器的盖子。抽真空至-0.1 MPa,关闭抽真空管路玻璃阀门7。然后先后打开阀门12、15,慢慢将贮液瓶中乙醇和二甘醇混合液200 mL吸入真空干燥器的烧杯中,关闭阀门12。静态吸附20 h~22 h后将空气导入干燥器中,移开干燥器盖子,迅速盖上称量瓶盖子,称量。

5.7.2.5 结果计算

比表面积以 S_{BET} 计,数值以 m^2/g 表示,按公式(4)计算。

$$S_{\text{BET}} = \frac{m_1 \eta}{m} \times 3478.65 \quad (4)$$

式中,

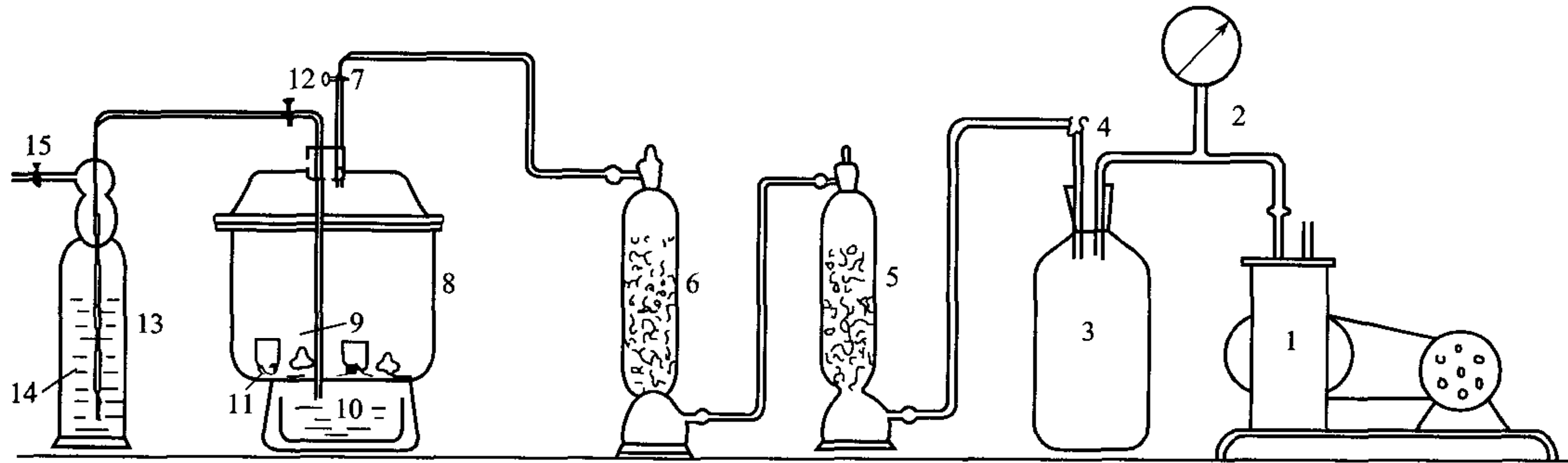
m_1 ——试料吸附的乙醇的质量的数值,单位为克(g),

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

η ——考虑空白称量瓶吸附的吸附系数,

3478.65——比表面积的换算数值,单位为每克平方米(m^2/g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ 。



- | | |
|------------|------------------------|
| 1——机械真空泵, | 7,12,15——玻璃阀门, |
| 2——真空压力表, | 8——真空干燥箱, |
| 3——缓冲瓶, | 9——称量瓶及样品, |
| 4——玻璃三通, | 10,14——乙醇-(二甘醇)丙三醇混合液, |
| 5——活性炭干燥箱, | 11——筛板, |
| 6——硅胶干燥箱, | 13——乙醇-(二甘醇)丙三醇储液瓶。 |

图1 仪器连接示意

5.8 孔容积的测定

5.8.1 方法提要

根据开尔文公式,当温度一定,改变吸附质的相对压力 P/P_0 时吸附质在不同孔径的细孔中凝聚成液体,此时称出试样的增重量,即可算出吸附剂的孔容积。

5.8.2 试剂

乙醇-丙三醇溶液 乙醇的相对压力(P/P_0)为0.97($n_D^{25} = 1.3685 \pm 0.0002$)。

配制方法 量取481.5 mL无水乙醇加入185 mL丙三醇摇匀。

5.8.3 设备

5.8.3.1 测定装置见图1。

5.8.3.2 电热恒温干燥箱 温度能控制在(250±10)℃。

5.8.4 分析步骤

用已质量恒定的称量瓶称取约0.5 g试样,置于电热恒温干燥箱内,于(250±10)℃下烘干4 h,称量瓶在干燥器中冷却后称量,精确至0.000 2 g。将称量瓶打开放在干燥器的筛板上,盖上真空干燥器盖子,抽真空1 h(真空度-0.1 MPa)。关闭抽真空管路阀门7。然后先后将阀门12、15打开,慢慢将贮

液瓶中乙醇和丙三醇混合液 200 mL 吸入真空干燥器的烧杯中,关闭阀门 12。静态吸附 20 h~22 h 后将空气导入干燥器中,移开干燥器盖子,迅速盖上称量瓶盖子,称量。

5 8 5 结果计算

孔容积以 V_1 计,数值以 cm^3/g 表示,按公式(5)计算

$$V_1 = \frac{m_2 - m_1}{m\rho} \dots \dots \dots (5)$$

式中:

- m_2 ——试料和称量瓶吸附乙醇的的质量的数值,单位为克(g);
- m_1 ——空白称量瓶吸附乙醇的的质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料的的质量的数值,单位为克(g);
- ρ ——乙醇的的密度的数值,单位为每克立方厘米(cm^3/g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 cm^3/g 。

5 9 静态吸附容量的测定

5 9 1 方法提要

以水蒸气为吸附质,在 20 $^{\circ}\text{C}$ ~25 $^{\circ}\text{C}$,相对湿度约 60 %的环境下,达到吸附平衡时,样品所吸附的水量为吸附容量。

5 9 2 试剂

溴化钠饱和溶液。

称取 250 g 无水溴化钠加 250 g 水配制而成。

5 9 3 仪器

5 9 3 1 电热恒温干燥箱:温度能控制在(250 \pm 10) $^{\circ}\text{C}$ 。

5 9 3 2 真空干燥器 ϕ 200 mm。

5 9 3 3 磨口称量瓶. ϕ 25 mm \times 40 mm。

5 9 3 4 恒温水浴.温度能控制在 20 $^{\circ}\text{C}$ ~25 $^{\circ}\text{C}$ 。

5 9 4 分析步骤

将真空干燥器置于 20 $^{\circ}\text{C}$ ~25 $^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴中,其他装置与图 1 相同。

将样品放在称量瓶中,置于电热恒温干燥箱内于(250 \pm 10) $^{\circ}\text{C}$ 下烘干 3 h,称量瓶在干燥器中冷却后,称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g。打开称量瓶的盖子,放入真空干燥器中的筛板上。盖上干燥器盖子缓缓抽气,抽至真空度为-0.1 MPa 时,关闭抽真空管路玻璃阀门 7。然后先后打开玻璃阀门 12、15,慢慢将贮液瓶中溴化钠饱和溶液 200 mL 吸入真空干燥器的烧杯中,关闭玻璃阀门 7。使真空干燥器在 20 $^{\circ}\text{C}$ ~25 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中,静态吸附 22 h~24 h 后,打开真空干燥器放空阀,待压力平衡后,迅速盖好称量瓶盖,称量。

5 9 5 结果计算

静态吸附容量以 V_2 计,数值以 % 表示,按公式(6)计算。

$$V_2 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots \dots \dots (6)$$

式中:

- m_1 ——试料吸附水分的的质量的数值,单位为克(g),
- m ——试料的的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 %。

5 10 吸水率的测定

5 10 1 方法提要

根据其吸水前后质量变化,确定其吸附水的量。

5 10 2 分析步骤

称取在(250±10)℃干燥 3 h 或刚活化的样品 50 g,精确至 0.01 g。放入烧杯中,加水浸没,不断搅动,1 h 后用漏斗将水与样品分离,放置 10min,再称量吸水后样品质量,精确至 0.01 g。

5 10 3 结果计算

吸水率以 Y_1 计,数值以%表示,按公式(7)计算:

$$Y_1 = \frac{m_1 - m}{m} \times 100 \quad \dots \quad \dots \quad \dots \quad \dots \quad (7)$$

式中:

m_1 ——吸水后试料的质量的数值,单位为克(g);
 m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 1 %。

5 11 磨耗率的测定

5 11 1 方法提要

将一定量试样在磨样桶内按规定的条件旋转,使试样在筒内摩擦碰撞,测定试样粉化的百分比表示磨耗率。

5 11 2 仪器

5 11 2 1 多功能磨耗测定仪·转动速率(30±2) r/min;转动时间 1min~99min,振动频率:1 次/s~30 次/s;振动时间 1s~99s。

5.11 2 2 磨样桶规格·φ50 mm×L300 mm。

5 11 3 分析步骤

5 11 3 1 试样制备

将试样在(250±10)℃下烘干 2 h,放入干燥器中冷却后,分别倒入两个已准确称量的 50 mL 称量瓶中,称量 [(25±2) g 或 (40±2) g]试样,精确至 0.01 g。

5 11 3 2 测定

将样品按编号装入磨耗筒内,旋紧两端压盖,装入磨耗仪的卡盘上。转数(30±2) r/min,转动次数 500 r,然后按“磨耗”启动仪器。磨耗停止后,取出 1 号磨耗筒,将物料倒入筛中,装好,按“筛振”分离物料,称量筛上物料质量。再取出 2 号磨耗筒,将物料倒入筛中,装好,按“筛振”分离物料,称量筛上物料质量。

5 11 4 结果计算

磨耗率以 Y_2 计,数值以%表示,按公式(8)计算

$$Y_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots \quad \dots \quad \dots \quad \dots \quad (8)$$

式中

m_1 ——筛上物料的质量的数值,单位为克(g);
 m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 %。

5 12 抗压强度的测定

5 12 1 方法提要

以样品氧化铝刚刚碎裂时所承受的力,作为样品的抗压强度。

5 12 2 仪器

颗粒强度测定仪:量程范围为 1 N~500 N。

5 12 3 分析步骤

取待测氧化铝样品一粒,放在强度测定仪的承压顶上,按下“启动”钮,直至破裂为止,记下数字显示

栏中的读数,重复上述测定 20 次。

5 12 4 结果计算

抗压强度以 F 计,数值以 N/粒表示,按公式(9)计算。

$$F = \frac{\sum_{i=1}^{20} P_i}{20} \quad (9)$$

式中

P_i ——每一颗氧化铝样品测出的抗压强度的数值,单位为牛顿(N),

20——样品颗粒数。

5 13 粒度合格率的测定

5 13 1 仪器

试验筛 符合 GB/T 6003 1 的规定。

5 13 2 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于产品粒度上限的试验筛上,下面有粒度下限的试验筛和试验筛底,盖上试验筛盖。装入振筛机上,筛分 5min。称量粒度下限的试验筛中的筛余物。

5 13 3 结果计算

粒度合格率以 Y_3 计,数值以 % 表示,按公式(10)计算

$$Y_3 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (10)$$

式中

m_1 ——下限试验筛中筛余物料的质量的数值,单位为克(g),

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 2 %。

6 检验规则

6 1 本标准要求中所列指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

6 2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的工业活性氧化铝为一批,每批产品不得超过 20 t。

6 3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6 4 工业活性氧化铝应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。

6 5 检验结果如有指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6 6 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7 1 工业活性氧化铝包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括 生产厂名、厂址、产品名称、商标、类别、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2000 规定的“怕雨”标志。

7 2 每批出厂的工业活性氧化铝都应附有质量证明书,内容包括 生产厂名、厂址、产品名称、商标、类别、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

- 8 1 工业活性氧化铝应用内衬聚乙烯薄膜的袋作内包装,外包装为塑料编织袋,每袋净含量 25 kg。内袋扎口,外袋应牢固缝合。用户有特殊要求,供需协商。
 - 8 2 运输过程中,防止雨淋,不得受潮和包装不受污损。
 - 8 3 工业活性氧化铝贮存于干燥通风的库房内,并需下垫垫层,防止受潮。
-