

ICS 71. 120; 81. 060. 20

G 94

备案号: 45294~45296—2014

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3683. 1~3683. 3—2014

代替 HG/T 3683. 1~3683. 3 2000

## 工业瓷球

Industrial ceramic ball

2014-05-12 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 3683.1 2014 工业瓷球 惰性瓷球 ..... (1)

HG/T 3683.2 2014 工业瓷球 活性瓷球 ..... (9)

HG/T 3683.3 2014 工业瓷球 开孔瓷球 ..... (21)

ICS 71.120;81.060.20

G 94

备案号: 45295—2014

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3683.2—2014

代替 HG/T 3683.2 2000

## 工业瓷球 活性瓷球

Industrial ceramic ball

Activated ceramic ball

2014-05-12 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

HG/T 3683《工业瓷球》分为 3 个部分：

第 1 部分：工业瓷球 惰性瓷球；

第 2 部分：工业瓷球 活性瓷球；

第 3 部分：工业瓷球 开孔瓷球。

本部分为 HG/T 3683 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 HG/T 3683.2—2000《工业瓷球 活性瓷球》，与 HG/T 3683.2—2000 相比主要技术变化如下：

—降低了磨损率指标；

—提高了部分规格的抗压强度指标。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国非金属化工设备标准化技术委员会(SAC/TC162)归口。

本部分起草单位：萍乡市中天化工填料有限公司、萍乡市环球化工填料有限公司、中国石化工程建设有限公司、工业陶瓷国家测试中心。

本部分主要起草人：陈峥、刘家明、邬树其、胡白斌、梁艳、王雷、邬海啸、胡兆阳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

HG/T 3683.2—2000。

# 工业瓷球

## 活性瓷球

### 1 范围

本部分规定了活性瓷球的产品分类、要求、试验方法、检验规则、出厂文件及包装、运输和贮运。

本部分适用于石油、化工及其他有关工业的反应器中充当支撑、覆盖和保护催化剂使用的活性瓷球。

本部分规定的活性瓷球的适用温度范围为常温至 600℃。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注明日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 4734 陶瓷材料及制品化学分析方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)
- GB/T 12810 实验室玻璃仪器 玻璃量具的容量校准和使用方法
- HG/T 2976 化肥催化剂磨损率的测定
- HG/T 3210 耐酸陶瓷材料性能试验方法

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**活性瓷球** **activated ceramic ball**

以工业氧化铝和高岭土为主要原料,添加镍、钴、钼、钨等过渡金属氧化物,经成型、高温煅烧、浸渍和活化等工艺过程制成的具有足够机械强度和一定催化活性的瓷球。

#### 3.2

**活性组分** **activated component**

活性瓷球中对化学反应具有一定催化或助催化作用的物质,通常为镍、钴、钼、钨等过渡金属氧化物。

### 4 产品分类

#### 4.1 类型

活性瓷球按其所含活性组分情况分为 3 种类型:镍钼(Ni-Mo)型、镍钨(Ni-W)型和钴钼(Co-Mo)型。

#### 4.2 规格

活性瓷球按其外廓直径分为 12 种规格:Φ3 mm、Φ6 mm、Φ8 mm、Φ10 mm、Φ13 mm、Φ16 mm、Φ20 mm、Φ25 mm、Φ30 mm、Φ38 mm、Φ50 mm、Φ76 mm。

#### 4.3 其他

其他规格和型式的活性瓷球可由供需双方协商制造,其质量要求除合同专门规定外,仍应符合本部分的规定。

5 要求

5.1 外观质量

活性瓷球的外观应为规整的球体,其表面色泽要均一,不得有明显的开裂、落渣和掉粉等缺陷。

5.2 尺寸偏差

活性瓷球的直径偏差应符合表 1 的规定。

表 1 活性瓷球的直径偏差 单位为毫米

直 径	3	6	8	10	13	16	20	25	30	38	50	76
允许偏差	±1.0				±1.5				±2.0			

5.3 物理化学性能

活性瓷球的物理化学性能应符合表 2 的规定。

表 2 活性瓷球的物理化学性能

性 能		镍钼(Ni-Mo)型	镍钨(Ni-W)型	钴钼(Co-Mo)型
化学成分/%	活性组分	NiO:0.5~1.0 MoO <sub>3</sub> :1.5~2.5	NiO:0.5~1.0 WO <sub>3</sub> :1.5~2.5	CoO:0.5~1.0 MoO <sub>3</sub> :1.5~2.5
	载体 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≥40		
外观颜色		淡黄色	黄褐色	淡蓝色
孔体积/(mL/g)		0.1~0.2		
磨耗率/%		≤3		
耐急变温差/℃		≥500		
抗压强度/(kN/颗)	Φ3 mm	≥0.15		
	Φ6 mm	≥0.25		
	Φ8 mm	≥0.35		
	Φ10 mm	≥0.45		
	Φ13 mm	≥0.60		
	Φ16 mm	≥0.85		
	Φ20 mm	≥1.00		
	Φ25 mm	≥1.20		
	Φ30 mm	≥1.50		
	Φ38 mm	≥1.80		
	Φ50 mm	≥2.50		
	Φ76 mm	≥3.50		
堆积重度/(kg/m <sup>3</sup> )		1 100~1 500		
注:堆积重度数据仅供使用参考,不宜作为验收依据。				

6 试验方法

6.1 外观质量

外观质量用目测检查。

6.2 尺寸偏差

尺寸偏差用量程为 0~150 mm、分度值不低于 0.1 mm 的卡尺测量,测量相互垂直的两个点,取其算术平均值作为测量结果。

6.3 化学分析

6.3.1 活性瓷球中  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的测定按 GB/T 4734 的规定进行。

6.3.2 活性瓷球中过渡金属氧化物的测定应符合附录 A 的规定。

6.4 孔体积

准确称量已干燥至恒重的活性瓷球试样 20 g~30 g,精确至 0.01 g。将试样放入蒸馏水中完全浸透,煮沸 10 min~15 min,然后于水中冷至室温。取出试样,用湿布擦去试样表面的水分,迅速称量,按公式(1)计算试样的孔体积:

$$V_{\text{孔}} = \frac{m_2 - m_1}{\rho_{\text{H}_2\text{O}} m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$V_{\text{孔}}$  试样的孔体积的数值,单位为毫升每克(mL/g);

$m_1$  干试样的称量值,单位为克(g);

$m_2$  饱含水试样的称量值,单位为克(g);

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$  水的密度的数值,单位为克每毫升(g/mL),计算时取  $\rho_{\text{H}_2\text{O}} = 1.0 \text{ g/mL}$ 。

6.5 磨耗率

测试活性瓷球磨耗率所用磨料罐的直径应为活性瓷球直径的 8~10 倍,磨料罐的长度为其直径的 2 倍,其他按 HG/T 2976 的规定。

6.6 耐急变温差

活性瓷球耐急变温差的测试按 HG/T 3210 的规定进行。

6.7 抗压强度

选用具有足够压力并能调节控制加载速度、测力精度为一级的试验机,取至少 10 个活性瓷球为试样。分别将试样置于试验机压板正中,平稳均匀地以 5 mm/min~20 mm/min 或 0.5 kN/min~2.5 kN/min 的速度加载,读取试样破坏时的压力值,计算其算术平均值作为试验结果。

7 检验规则

7.1 检验分类

产品检验分型式检验和出厂检验两种。

7.1.1 型式检验

产品的型式检验每年进行一次,检验项目为本部分规定的全部项目。

有下列情况之一时,还应进行型式检验:

- a) 产品的结构、原料或工艺有较大改变,可能影响产品性能时;
- b) 产品生产发生转产、停产后恢复生产时;
- c) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- d) 国家有关法令、法规要求时;
- e) 合同规定时。

7.1.2 出厂检验

所有产品出厂前必须做出厂检验,检验项目为本部分第 5 章规定的外观质量、尺寸偏差、化学成分、孔体积、磨耗率和抗压强度 6 项。

7.2 组批规则

活性瓷球应按批进行验收。以相同原材料、工艺和设备等条件下制成的产品 50 t 作为一批,不足

50 t 亦按一批计。

7.3 抽样规则

对每批产品应采用具有代表性、随机性的方式进行抽样。根据产品的不同规格、按表 3 的规定抽取不同数量的样品。将样品混合均匀,按四分法抽取其中的 1/4 用于进行外观质量和尺寸检验,再从中任取相应的数量进行理化性能测试。

表 3 不同规格活性瓷球的检验抽样方案

规格 Φ/mm	3	6	8	10	13	16	20	25	30	38	50	76
抽样数/颗	80				60				40			

7.4 判定规则

7.4.1 对于活性瓷球的外观质量和外形尺寸检验,不合格率不超过 10 %时,判该批产品为合格;如不合格率超过 10 %时,则应从同一批产品中抽取双倍数量的样品进行复验,以复验结果作为最终结果,如复验结果的不合格率仍超过 10 %,则判该批产品为不合格;首次检验的不合格率超过 20 %时,判该批产品为不合格。

7.4.2 对于活性瓷球的物理化学性能检验,全部项目均合格,判该批产品为合格;如有一项指标不合格,则需从同一批产品中抽取同样数量的试样,对该项目进行复验,以复验结果和首检结果的平均值作为最终结果,如仍不合格,则判该批产品为不合格;首检时,如有两项以上指标同时不合格,则判该批产品为不合格。

7.4.3 凡因外观质量或尺寸超差被判为不合格的一批产品,允许供方剔除不合格品后重新组批提交检验。

8 出厂文件

活性瓷球出厂应有合格证和使用说明书,并标明以下内容:

- a) 产品名称、标准编号、商标;
- b) 产品的规格;
- c) 产品的生产批号;
- d) 生产企业名称、详细地址和联系电话。

9 包装、运输和贮存

9.1 活性瓷球包装时必须牢靠,以保证在运输过程中不产生破损。

9.2 活性瓷球在运输和装卸时要平稳、轻放,严禁抛掷。

9.3 活性瓷球应该在清洁的仓库或有遮盖的库棚贮存。



## 附 录 A

## (规范性附录)

## 活性瓷球中过渡金属氧化物的测定方法

## A.1 范围

本附录规定了活性瓷球中过渡金属氧化物的测定方法。

## A.2 方法原理

## A.2.1 灼烧减量

将试样经  $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  灼烧,测定灼烧前后的质量差即为灼烧减量。

## A.2.2 氧化镍

用硫酸分解试样制成母液。在碱性介质中,有氧化剂存在下,镍与丁二酮肟形成可溶性酒红色络合物。用酒石酸钾钠掩蔽铁、铝的干扰,用过硫酸铵沉淀分离锰消除干扰,在分光光度计上于  $460\text{ nm}$  处测定镍的吸光度。

## A.2.3 氧化钴

用硫酸分解试样制成母液。在  $\text{pH}=5.5\sim 6$  的醋酸钠介质中,钴与亚硝基红盐生成可溶性的红色络合物,镍、钼等不干扰测定。在分光光度计上于  $490\text{ nm}$  处测定钴的吸光度。

## A.2.4 三氧化钼

用硫酸分解试样制成母液。在硫酸介质中, $\text{Mo}^{6+}$  经硫脲还原为  $\text{Mo}^{5+}$ ,与过量的硫氰酸钾生成橙红色络合物,镍、钼等不干扰测定。在分光光度计上于  $460\text{ nm}$  处测定钼的吸光度。

## A.2.5 三氧化钨

用王水分解试样,用氨碱溶解氧化钨沉淀得到可溶性钨酸,用辛克宁沉淀钨酸,过滤后灼烧为三氧化钨,称量后测得氧化钨的含量。

## A.3 一般规定

A.3.1 本附录所用的水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

A.3.2 本附录所用的试剂应为分析纯或分析纯以上纯度,标准溶液的配制和标定所用试剂应为基准试剂或优级纯。

A.3.3 本附录所用玻璃仪器应符合 GB/T 12810 的规定。

A.3.4 测定过程中的恒重(为处理前后两次之间的质量差)不大于  $0.2\text{ mg}$ 。

A.3.5 测定时需进行平行试验,并同时进行了空白试验,以试剂空白值对测定结果进行校正。

A.3.6 所得测定结果应表示至 2 位小数。

## A.4 试剂、溶液的配制

A.4.1 硫酸(1+1):取硫酸(密度为  $1.84\text{ g/mL}$ )1 体积与水 1 体积混匀。

A.4.2 氟化铵( $\text{NH}_4\text{F}$ )。

A.4.3 硼酸( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )。

A.4.4 酒石酸钾钠溶液(20 %):称取酒石酸钾钠  $20\text{ g}$  溶于  $80\text{ mL}$  水中。

A.4.5 氢氧化钠溶液(10 %):称取氢氧化钠  $10\text{ g}$  溶于  $90\text{ mL}$  水中。

A.4.6 过硫酸铵溶液(3 %):称取过硫酸铵  $3\text{ g}$  溶于  $100\text{ mL}$  水中。

A.4.7 丁二酮肟溶液(1 %):称取丁二酮肟  $1\text{ g}$  溶于  $100\text{ mL}$  水中。

A.4.8 硝酸(1+3):取硝酸(密度为  $1.42\text{ g/mL}$ )1 体积与水 3 体积混匀。

- A.4.9 氢氧化钠溶液(1 %):称取氢氧化钠 1 g 溶于 100 mL 水中。
- A.4.10 醋酸-醋酸钠缓冲溶液(pH=5.7):称取醋酸钠 25 g 溶于 100 mL 水中,加冰醋酸直到 pH=5.7(用精密 pH 试纸或 pH 计测试)。
- A.4.11 亚硝基红盐溶液(0.2 %):称取亚硝基红盐 0.2 g 溶于 100 mL 水中。
- A.4.12 柠檬酸铵溶液(30 %):称取柠檬酸铵 30 g 溶于 70 mL 水中。
- A.4.13 硫脲溶液(10 %):称取硫脲 10 g 溶于 90 mL 水中。
- A.4.14 氨水(1+1):取氨水(密度为 0.90 g/mL)1 体积与水 1 体积混匀。
- A.4.15 氯化铵氨水(1+1)溶液(1.5 %):称取氯化铵 1.5 g 溶于 100 mL 氨水(1+1)中。
- A.4.16 硝酸(密度为 1.42 g/mL)。
- A.4.17 盐酸(1+3):取盐酸(密度为 1.19 g/mL)1 体积与水 3 体积混匀。
- A.4.18 辛可宁盐酸(1+3)溶液(8 %):称取辛可宁 8 g 溶于盐酸(1+3)90 mL 中。
- A.4.19 辛可宁盐酸(2 mol/L)溶液(1 %):称取辛可宁 1 g 于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸(密度为 1.19 g/mL)16.6 mL,溶解后,加水至刻度。

A.5 仪器、设备

分光光度计应符合 GB/T 9721 的规定。

A.6 工作母液的配制

将试样研细至过 150 目~200 目筛,经 100℃~105℃干燥 2 h 后,称量 0.1 g~15 g,精确至 0.001 g。放入 250 mL 烧杯中,以少量水湿润后,加入硫酸(1+1)10 mL,在电热板上加热分解样品,注意不时搅拌。待冒 SO<sub>3</sub>白烟时,取下烧杯,冷却后加水约 50 mL,过滤于 250 mL 容量瓶中。将洗涤残渣的洗涤液一并收集于同一容量瓶中。以水稀释至刻度,摇匀,即得工作母液。

使用上述硫酸溶液时加入 1 g 氟化铵和 1 g 硼酸,可提高样品的分解效果。

A.7 测定步骤

A.7.1 灼烧减量的测定

样品经 120℃~150℃干燥 2 h 后,准确称取 1 g~2 g,精确至 0.000 1 g,于恒重的瓷坩埚中。放入马弗炉内,缓慢升温至 50℃~70℃,恒定 15 min。继续升温至 200℃,再恒定约 30 min。持续升温至 800℃,恒温灼烧 1 h。取出坩埚,冷却 2 min~3 min,立即转入干燥器中,继续冷却至室温(30 min~40 min)。准确称量后按公式(A.1)计算灼烧减量:

$$\text{灼烧减量}/\% = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:  
m<sub>1</sub>——灼烧前烘干样品的质量的数值,单位为克(g);  
m<sub>2</sub>——灼烧后样品的质量的数值,单位为克(g)。

A.7.2 氧化镍的测定

准确移取工作母液 5 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水 30 mL~40 mL、酒石酸钾钠溶液(20 %) 10 mL、NaOH 溶液(10 %)5 mL、过硫酸铵溶液(3 %)10 mL、丁二酮肟溶液(1 %)10 mL,以水稀释至刻度,摇匀后,放置 10 min 以上。以空白试剂作参比,在 460 nm 处测定其吸光度。按公式(A.2)计算氧化镍的百分含量:

$$\text{NiO}/\% = \frac{AF}{1\,000W(1 - \text{灼烧减量}\%)} \times 100 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

- A 由标准曲线上查得的相应于实测吸光度的 NiO 含量的数值，单位为毫克(mg)；
- F 取工作母液的稀释倍数；
- W 烘干基试样的质量的数值，单位为克(g)。

A.7.3 氧化钴的测定

准确移取工作母液 5 mL 于 100 mL 常量瓶中，加水约 20 mL，以硝酸(1+3)和 NaOH 溶液(1 %)调节其 pH 值约为 5~6。加入醋酸-醋酸钠缓冲溶液(pH=5.7)20 mL、亚硝基红盐溶液(0.2 %)10 mL、用水稀释至刻度，摇匀后放置 20 min。以空白试剂作参比，在 490 nm 处测定其吸光度。按公式(A.3)计算氧化钴的百分含量：

$$\text{CoO}/\% = \frac{AF}{1\,000W(1-\text{灼烧减量}\%)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中：

- A 由标准曲线上查得的相应于实测吸光度的 CoO 含量的数值，单位为毫克(mg)；
- F 取工作母液的稀释倍数；
- W 烘干基试样的质量的数值，单位为克(g)。

A.7.4 三氧化钼的测定

准确移取工作母液 5 mL 于 100 mL 容量瓶中，保持该容量瓶温度在 10℃~15℃。滴硝酸(1+3)3 滴，加入柠檬酸铵溶液(30 %)10 mL、硫酸(1+1)20 mL、硫脲(10 %)10 mL，摇匀后放置冷却 15 min。然后用水稀释至刻度，再放置 30 min 后，以空白试剂作参比，在 460 nm 处测定其吸光度，必须注意显色反应在 15℃以下。按公式(A.4)计算三氧化钼的百分含量：

$$\text{MoO}_3/\% = \frac{AF}{1\,000W(1-\text{灼烧减量}\%)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.4})$$

式中：

- A 标准曲线上查得的相应于实测吸光度的 MoO<sub>3</sub> 含量的数值，单位为毫克(mg)；
- F 取工作母液的稀释倍数；
- W 烘干基试样的质量的数值，单位为克(g)。

A.7.5 三氧化钨的测定

将试样经 150℃烘干后，准确称量 0.5 g，精确至 0.000 1 g。放入 200 mL 烧杯中，加王水分解后，加热蒸浓到较小体积。加入氯化铵氨水(1+1)溶液(1.5 %)15 mL~25 mL，微微加热，溶解氧化钨沉淀。然后用滤纸将此溶液过滤到另一只 200 mL 烧杯中，并用上述氯化铵氨水(1+1)溶液洗涤滤纸，洗涤液一并收集于同一烧杯中。将此烧杯移到电热板上缓缓加热，至试液的体积约为 10 mL~15 mL，加入硝酸 10 mL，加热水(50℃~60℃)100 mL，在不停搅拌下加入辛可宁盐酸(2 mol/L)溶液(1 %)洗涤沉淀 6 次以上。将沉淀转移到坩埚中烘干，于 800℃焙烧 1 h 后取出，置于干燥器中继续冷却至室温。准确称量后按公式(A.5)计算三氧化钨的百分含量：

$$\text{WO}_3/\% = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.5})$$

式中：

- m<sub>1</sub> 灼烧前烘干样品的质量的数值，单位为克(g)；
- m<sub>2</sub> 灼烧后样品的质量的数值，单位为克(g)。

中华人民共和国

化工行业标准

工业瓷球

HG/T 3683.1~3683.3—2014

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张1½ 字数44.8千字

2014年9月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1766

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:18.00元

版权所有 违者必究