

ICS 71.060.20
G 13
备案号:41843—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4525—2013

触媒用二氧化钛

Titanium dioxide for catalyst

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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。

本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院、河南佰利联化学股份有限公司、超彩钛白科技(安徽)有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人:范国强、郭永欣、陈建立、廉晓燕、蒋宏斌。

触媒用二氧化钛

1 范围

本标准规定了触媒用二氧化钛的要求,试验方法,检验规则,标志、标签,包装、运输、贮存。
本标准适用于触媒用二氧化钛。该产品用于生产选择性催化还原(SCR)脱硝用二氧化钛载体。

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。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 191—2008 包装储运图示标志
- GB/T 6730.61—2005 铁矿石 碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 8946 塑料编织袋
- GB/T 10454 集装袋
- GB/T 19587—2004 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积
- HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

3 要求

- 3.1 外观:白色或黄色粉末。
- 3.2 触媒用二氧化钛按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标
晶型	锐钛(硫酸法生产)
激光粒径(D_{50})/ μm	0.8~1.5
比表面积(BET)/(m^2/g)	协议
二氧化钛(TiO_2)(以干基计) $w/\%$	≥ 89.0
三氧化钨(WO_3)(以干基计) $w/\%$	协议
磷酸盐(以 P_2O_5 计)(以干基计) $w/\%$	≤ 0.5
硫酸盐(以 SO_4 计)(以干基计) $w/\%$	0.3~5.0
铁(以 Fe_2O_3 计)(以干基计) $w/\%$	≤ 0.03
钾(以 K_2O 计)(以干基计) $w/\%$	≤ 0.010
钠(以 Na_2O 计)(以干基计) $w/\%$	≤ 0.010
干燥减量 $w/\%$	≤ 2.0
灼烧失量(以干基计) $w/\%$	协议

4 试验方法

4.1 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的杂质标准溶液,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.2 的规定制备。

4.2 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

4.3 晶型测定

用 X 射线衍射仪进行测定。

4.4 激光粒径测定

4.4.1 仪器

4.4.1.1 激光粒径分析仪:量程应满足检测的粒径范围。

4.4.1.2 超声波分散仪:功率大于 100 W。

4.4.2 分析步骤

根据激光粒径分析仪的要求称取一定量的试样,加入 100 mL 水,可加入 1.5 mL~2.0 mL 六偏磷酸钠(200 g/L)分散剂,将试样溶液置于超声波分散仪上,进行超声分散 3 min。按激光粒径分析仪的操作步骤测定试样的激光粒径(折射率:2.52,以 D_{50} 报告测定结果)。

4.5 比表面积测定

按 GB/T 19587—2004 进行测定。

测定条件:300 °C 下加热 2 h,脱气 20 min。

4.6 二氧化钛含量的测定

4.6.1 试剂和材料

硼酸。

4.6.2 仪器、设备

4.6.2.1 压样机。

4.6.2.2 X 荧光光谱仪。

4.6.3 分析步骤

称取 4 g 试料 A(4.13.3),精确至 0.01 g,用研钵研磨均匀(可以根据仪器的使用情况,添加适量粘合剂),取出。放在压样机中,加硼酸,压力 25 MPa,保压时间大于 20 s。取出压制成型的样品片,放入经标准样品校正的 X 荧光光谱仪中进行扫描,测定二氧化钛的含量。

4.7 硫酸盐含量的测定

按 GB/T 6730.61—2005 测定硫含量。

硫酸盐的含量以硫酸根(SO_4)的质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = w_s \times 2.995 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

w_s ——按 GB/T 6730.61—2005 测定硫含量的质量分数,以 % 表示;

2.995——硫换算为硫酸根的系数。

4.8 三氧化钨含量的测定

使用 X 射线荧光光谱仪进行测定。样品处理方法同 4.6。

4.9 磷酸盐含量的测定

使用 X 射线荧光光谱仪进行测定。样品处理方法同 4.6。

4.10 铁含量的测定

4.10.1 方法提要

试样以浓硫酸、硫酸铵溶解,在原子吸收分光光度计上,采用标准加入法,于波长 248.3 nm 处测定

铁的吸光度,计算铁的含量。

4.10.2 试剂与溶液

4.10.2.1 硫酸。

4.10.2.2 硫酸铵。

4.10.2.3 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.10 mg;

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。

4.10.2.4 二级水:符合 GB/T 6682—2008 中的规定。

4.10.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有铁空心阴极灯

4.10.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试料 A(4.13.3),精确至 0.000 2 g,置于已加好 9 g 硫酸铵、10 mL 硫酸的 50 mL 烧杯中,盖上表面皿,加热至试样完全溶解、冷却,小心地用水吹洗表面皿及杯壁,并稀释至约 50 mL,转入 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度摇匀。移取 4 份 20 mL 试验溶液置于 4 个 50 mL 容量瓶中,再分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 铁标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀,用原子吸收分光光度计,将仪器调整到最佳工作状态,于波长 248.3 nm 处测量其吸光度,用作图外延法求出试验溶液中铁的量。

4.10.5 结果计算

铁的含量以三氧化二铁(Fe_2O_3)的质量分数 w_2 计,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 1.430 \times 10^{-3}}{m \times 20/100} \times 100 \% \quad (2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得试样溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

1.430——铁换算为三氧化二铁的系数。

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 0.003 %。

4.11 钾的测定

4.11.1 方法提要

试样以浓硫酸、硫酸铵溶解,在带火焰发射的原子吸收分光光度计上,采用标准加入法,于波长 766.5 nm 处测定钾经火焰燃烧所激发的光谱强度,计算钾的含量。

4.11.2 试剂和材料

4.11.2.1 硫酸。

4.11.2.2 硫酸铵。

4.11.2.3 钾标准溶液:1 mL 溶液含钾(K)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钾标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

4.11.2.4 二级水:符合 GB/T 6682—2008 中的规定。

4.11.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计。

4.11.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试料 A(4.13.3),精确至 0.000 2 g,置于已加好 9 g 硫酸铵、10 mL 硫酸的 50 mL 烧杯中,盖上表面皿,加热至试样完全溶解、冷却,小心地用水吹洗表面皿及杯壁,并稀释至约 50 mL,转移到 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,取 4 份 20 mL 试验溶液置于 4 个 50 mL 容量瓶中,再分别

加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 钾标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。将仪器调整到最佳工作状态,采用原子发射光谱法于波长 766.5 nm 处测量其辐射强度,用作图外延法求出试验溶液中钾的量。

4.11.5 结果计算

钾的含量以氧化钾(K_2O)的质量分数 w_3 计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 1.205 \times 10^{-3}}{m \times 20/100} \times 100 \% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得试样溶液中钾的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

1.205——钾换算为氧化钾的系数。

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 0.001 %。

4.12 钠的测定

4.12.1 方法提要

试样以浓硫酸、硫酸铵溶解,在带火焰发射的原子吸收分光光度计上,采用标准加入法,于波长 589.0 nm 处,测定钠经火焰燃烧所激发的光谱强度,计算钠的含量。

4.12.2 试剂与溶液

4.12.2.1 硫酸。

4.12.2.2 硫酸铵。

4.12.2.3 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

4.12.2.4 二级水:符合 GB/T 6682 2008 中的规定。

4.12.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钠空心阴极灯。

4.12.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试料 A(4.13.3),精确至 0.000 2 g,置于已加好 9 g 硫酸铵、10 mL 硫酸的 50 mL 烧杯中,盖上表面皿,加热至试样完全溶解、冷却,小心地用水吹洗表面皿及杯壁,并稀释至约 50 mL,转移到 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,移取 4 份 20 mL 试验溶液置于 4 个 50 mL 容量瓶中,再分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 钠标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀,将仪器调整到最佳工作状态,采用原子发射光谱法于波长 589.0 nm 处,测量其辐射强度,用作图外延法求出试验溶液中钠的量。

4.12.5 结果计算

钠以氧化钠(Na_2O)的质量分数 w_4 计,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 1.348 \times 10^{-3}}{m \times 20/100} \times 100 \% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得试样溶液中钠的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

1.348——钠换算为氧化钠的系数。

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 0.001 %。

4.13 干燥减量的测定

4.13.1 方法提要

试样在 $105 \text{ } ^\circ\text{C} \pm 2 \text{ } ^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。根据试样减少的质量,计算干燥减量。

4.13.2 仪器

4.13.2.1 称量瓶: $\phi 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

4.13.2.2 电热恒温干燥箱: 温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.13.3 分析步骤

用已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶称取约 10 g 试样, 精确至 0.01 g , 在电热恒温干燥箱中, 于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。保留此试料为试料 A 供灼烧失量、二氧化钛、硫酸盐、三氧化钨、磷酸盐、铁、钾、钠测定用。

4.13.4 结果计算

干燥减量以质量分数 w_5 计, 按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——干燥前试料和称量瓶质量的数值, 单位为克(g);

m_0 ——干燥后试料和称量瓶质量的数值, 单位为克(g);

m ——试料质量的数值, 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% 。

4.14 灼烧失量的测定

4.14.1 方法提要

在 $850\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下, 试样中的结合水及可分解、挥发分全部挥发。根据试样减少的质量, 确定灼烧失量。

4.14.2 仪器、设备

高温炉: 能控制温度在 $850\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.14.3 分析步骤

用已于 $850\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚称取约 1 g 试料 A(4.13.3), 精确至 0.0002 g , 盖上坩埚盖并留少许空隙, 置于高温炉中, 于 $850\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定。

4.14.4 结果计算

灼烧失量以质量分数 w_6 计, 按公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——灼烧前坩埚和试样质量的数值, 单位为克(g);

m_2 ——灼烧后坩埚和试样质量的数值, 单位为克(g);

m ——试料质量的数值, 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 0.3% 。

5 检验规则

5.1 本标准要求中规定的所有指标项目为出厂检验项目, 应逐批检验。

5.2 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触媒用二氧化钛为一批。每批产品不超过 10 t 。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时, 将采样器自包装袋的上方垂直插入至料层深度的四分之三处采样。将所采的样品混匀, 用四分法缩分至约 200 g , 分装入两个干燥、清洁的广口瓶中, 密封, 粘贴标签, 注明: 生产厂名、产品名称、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶用于检验, 另一瓶保存备查, 保存时间由生产厂根据实际情况确定。

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

5.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 触媒用二氧化钛包装袋上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2008 规定的“怕雨”标志。

6.2 每批出厂的触媒用二氧化钛都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、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。

7 包装、运输、贮存

7.1 触媒用二氧化钛采用塑料编织袋或集装袋包装,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋。外包装为塑料编织袋,每袋净含量 25 kg 的包装其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定;每袋净含量 500 kg 的包装其性能和检验方法应符合 GB/T 10454 的规定。其他规格可根据用户要求确定。

7.2 触媒用二氧化钛包装时应将内袋中的空气排出,用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋用维尼龙绳线或其他质量相当的线缝口,缝线整齐,针距均匀,无漏缝或跳线现象。

7.3 触媒用二氧化钛在运输中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。

7.4 触媒用二氧化钛应贮存于阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮。

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

触媒用二氧化钛

HG/T 4525—2013

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)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数 14 千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1589

BZ002102992



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:10.00 元

版权所有 违者必究