

ICS 71.100

G 75

备案号:32203—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4192—2011

氯乙烯合成用低汞触媒

Low-level mercury catalyst for chloroethylene synthesis

2011-06-15 发布

2011-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

氯乙烯合成用低汞触媒

1 范围

本标准规定了氯乙烯合成用低汞触媒的技术要求、试验方法以及检验规则、标志、包装、运输、贮存、安全等。

本标准适用于以氯化汞为活性组分，活性炭为载体生产的氯乙烯合成用低汞触媒。

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 190 危险货物包装标志

GB 191 包装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采用通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 7702.1—1997 煤质颗粒活性炭试验方法——水分的测定

GB/T 7702.2—1997 煤质颗粒活性炭试验方法——粒度的测定

GB/T 7702.3—2008 煤质颗粒活性炭试验方法——强度的测定

GB/T 7702.4—1997 煤质颗粒活性炭试验方法——装填密度的测定

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

3.1 外观：灰黑色柱状颗粒。

3.2 氯乙烯合成用低汞触媒应符合表1所示的技术要求。

表1 技术要求

项目	指标
氯化汞/w/%	4.0~6.5
水分/%	≤ 0.3
粒度 φ(3 mm~6 mm)×(3 mm~8 mm)/%	≥ 95
机械强度 ^a /%	≥ 95
装填密度/(g/L)	≤ 580
氯化汞损失率/w/%(250℃条件下烘烤3h)	≤ 3.0

^a: 试样经一定的机械磨损、碰撞和筛分后，筛上部分的试样占试样总质量的百分数。

4 试验方法

安全提示：本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本标准并未揭示所

有可能的安全问题,使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。试验应在通风橱内进行,产生的尾气需经过处理以后才可以排放,产生的含汞废物不得随意排放。

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 中规定的三级水。试验中所用制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 603 的规定制备。

4.1 氯化汞含量的测定

按附录 A 进行。

4.2 水分的测定

按 GB/T 7702.1—1997 的规定进行。

4.3 粒度的测定

按 GB/T 7702.2—1997 的规定进行。

4.4 机械强度的测定

按 GB/T 7702.3—2008 的规定进行。

4.5 装填密度的测定

按 GB/T 7702.4—1997 的规定进行。

4.6 氯化汞损失率的测定

按附录 B 进行。

5 检验规则

5.1 组批

氯乙烯合成用低汞触媒按同一班次、同一配料生产的为一批,应成批提交检验,每批质量不超过 6t。

5.2 取样方法

按 GB/T 6678、GB/T 6679 中的规定进行。

5.3 出厂检验

5.3.1 氯乙烯合成用低汞触媒出厂前应由生产企业检验部门进行质量检验,并附有质量检验报告单,其内容包括生产企业名称、产品名称、批号、数量、质量指标、生产日期。

5.3.2 全部检验项目为型式检验项目,出厂检验项目为氯化汞含量、水分、装填密度、氯化汞损失率。如有停产后复产、原料或者工艺有重大改变、合同规定等情况,所有型式检验项目应全部检验。在连续正常生产时,除了出厂检验项目以外的型式检验项目应保证达到本标准规定指标,每两个月至少检验一次,当检验不达标时应每批都进行检验,直至连续五批检验结果都符合标准规定后,方可按出厂检验项目作为正常检验。

5.3.3 检验结果的判定采用 GB/T 8170 中修约值比较法进行。检验结果中如某项指标不符合本标准要求时,应自同批产品中以双倍采样单元数采样对不符合本标准要求的项目进行复检,复检结果仍不符合本标准的要求,整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

氯乙烯合成用低汞触媒包装上应涂刷牢固标志,内容包括:产品名称、生产厂名称、地址、批号、净含量、本标准编号、出厂日期及按 GB 190 规定的“毒性物质”标志、按 GB/T 191 规定的“怕晒”、“怕雨”和“易碎物品”标志。

6.2 包装

6.2.1 软包装:外层为硬纸袋,内用双层塑料薄膜袋密封。每袋净含量 25 kg 或根据用户要求进行包装。

6.2.2 硬包装:内用双层塑料薄膜袋密封,外用铁桶或塑料桶,加盖密封。每件重量由供需双方商定。

6.3 运输

氯乙烯合成用低汞触媒装卸、运输过程中应轻搬轻放,不得摔碰和踩踏;应加篷遮盖防雨防晒。

6.4 贮存

氯乙烯合成用低汞触媒应贮存于干燥阴凉、通风的单独库房内,防雨防潮,远离火源;产品应整齐堆放,不得踩踏、重压。

7 安全

氯乙烯合成用低汞触媒中的有效组分氯化汞为毒性物质。氯乙烯合成用低汞触媒不得与食品、种子、饲料混放,避免与皮肤、眼睛直接接触,防止由口鼻吸入,工作时穿相应防护服及戴防护手套等。

附 录 A
(规范性附录)
氯化汞含量的测定

A.1 方法提要

研磨过筛的干燥试样在酸中加热煮沸浸泡以后,移出滤液,定容,取出定量溶液,在氨性条件下,利用铜试剂与汞离子生成的络合物在溶液中显色为终点,根据消耗铜试剂标准滴定溶液的体积计算试样中氯化汞的含量。

A.2 试剂

A.2.1 硝酸;

A.2.2 盐酸;

A.2.3 酒石酸;

A.2.4 四氯化碳;

A.2.5 氢氧化钠;

A.2.6 氨水;

A.2.7 氯化铜溶液(1 g/L);

A.2.8 氯化钠溶液(100 g/L);

A.2.9 汞标准滴定溶液的配制:称取 2 g 高纯汞(99.999 %),精确至 0.000 1 g;溶于 30 mL:1+1 的硝酸中,加热完全溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,再用去离子水稀释至刻度,摇匀,根据称量的结果计算溶液浓度)。

A.3 测定步骤

A.3.1 铜试剂标准滴定溶液的制备

A.3.1.1 配制:称取 10 g 铜试剂于 500 mL 洁净烧杯中,用水溶解过滤于 5 000 mL 棕色下口瓶中,加水至 5 000 mL,加少许氢氧化钠,使溶液 pH 值>8,摇匀放至 24 h 后即可标定。

A.3.1.2 标定:准确吸取汞标准溶液 10 mL 于锥形瓶中,加 1 g 酒石酸,0.1 mL 的氯化铜溶液,用氨水调节溶液 pH 值>8,加 3 mL 四氯化碳,用铜试剂标准滴定溶液滴定至无机层出现不易消失的淡黄色时,继在水平方向用力震荡数次,直至有机层呈现稳定的黄色为终点,同时作试剂空白试验。

A.3.1.3 铜试剂标准滴定溶液对氯化汞的滴定度 T ,数值以 g/mL 表示,按公式(A.1)计算:

$$T = \frac{C \times 10}{V_1 - V_2} \times 1.3539 \dots \dots \dots (A.1)$$

式中:

C ——汞标准溶液浓度,单位为克每毫升(g/mL);

V_1 ——试验所消耗铜试剂标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验所消耗铜试剂标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

1.3539——汞质量换算为氯化汞质量的系数。

A.3.2 试样测定

称取磨细并通过 80 目筛及在 80 °C 干燥 2 h 的(水分低于 0.3 %以下时可不干燥)试样 1 g,精确至 0.000 2 g,放入 250 mL 锥形瓶中,加入 15 mL 盐酸和 5 mL 硝酸,再加入 20 mL 氯化钠溶液,盖上漏斗,置电炉上加热至沸,保持微沸 15 min,取下,稍冷,过滤于 500 mL 容量瓶中,用水洗涤残渣数次,再按上述重复两次,合并滤液,用去离子水定容后,再吸出 100.00 mL 该溶液于 250 mL 锥形瓶中,加入 1 g 酒石酸、0.1 mL 的氯化铜溶液,用氨水调节 pH 大于 8,加入 3 mL 四氯化碳,用铜试剂标准滴定溶液滴定至无机层出现不易消失的淡黄色时,继在水平方向用力震荡数次,直至有机层呈现稳定的黄色为

终点,同时作试剂空白试验。

A.4 结果计算

氯化汞的含量的质量分数 w ,数值以%表示,按公式(A.2)计算:

$$w = \frac{T \times (V_1 - V_2)}{M} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

T ——铜试剂标准滴定溶液对氯化汞的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

V_1 ——试验所消耗铜试剂标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验所消耗铜试剂标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次重复测定结果的相对误差应不大于 2.0 %。

实验室之间分析结果的相对误差应不大于 4.0 %。

附 录 B
(规范性附录)
氯化汞损失率的测定

B.1 方法提要

在管式石英炉中加热试样一段时间,使其中的氯化汞升华,分别计算加热前后试样中氯化汞的含量,从而计算出氯化汞的损失率。

B.2 仪器设备

B.2.1 管式恒温炉:加热到 250 °C 并有 300 mm 以上的恒温带(250 °C ±5 °C),附有铂铑-铂热电偶测温 and 控温装置。

B.2.2 燃烧舟:瓷或刚玉制品,耐温 500 °C 以上,长约 250 mm,上宽约 46 mm,下宽约 15 mm,高约 15 mm。

B.2.3 异径石英管:耐温 500 °C 以上,比管式恒温炉长 400 mm~500 mm。一端内径 50 mm,外径 53 mm,另一端外径约 10 mm,内径约 7 mm,长约 60 mm。

B.2.4 氮气流量计:测量范围 0 mL/min~1 500 mL/min。

B.2.5 吸收瓶:1 000 mL 棕色吸收瓶两个。

B.2.6 橡胶塞(中间带孔):与石英管配套。

B.2.7 分析天平:精确至 0.1 g。

B.3 测定步骤

用分析天平称取 100 g 试样,先从试样中称取 50 g 进行氯化汞含量测定,并读取数值,然后将剩余的 50 g 试样装入燃烧舟中,然后将燃烧舟置入管式恒温炉中的恒温带区域。通入氮气,氮气流量保持在 500 mL/min。将恒温炉升温至 250 °C 并保持恒温 3 h,切断电源,继续通氮气冷却至室温后,取出试样再次测定氯化汞含量。恒温炉出气端连接吸收瓶,吸收瓶内装有 2/3 的酸性高锰酸钾(硫酸体积分数为 10 %),两个吸收瓶串联排列,根据试验情况定期更换。

B.4 结果计算

试样氯化汞损失率 S ,数值以 % 表示,按公式(B.1)计算:

$$S = \frac{(A_1 - A_2)}{A_1} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

A_1 ——试样试验前氯化汞含量,以 % 表示;

A_2 ——试样试验后氯化汞含量,以 % 表示。

计算结果表示到小数点后两位。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次重复测定结果的相对误差应不大于 2.0 %。

实验室之间分析结果的相对误差应不大于 4.0 %。