

团 体 标 准

T/ DYZL 017—2019

工业无水氯化铝

Anhydrous aluminium chloride for industrial use

2019-11-25 发布

2019-11-25 实施

东营质量协会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009的规定起草。

本标准与GB/T 3959—2008相比主要变化如下：

- 增加了产品分类；
- 要求中氯化铝优等品的质量分数指标由 $\geq 99.2\%$ 改为 $\geq 99.4\%$ ；
- 要求中氯化铝一等品的质量分数指标由 $\geq 98.8\%$ 改为 $\geq 99.0\%$ ；
- 要求中氯化铝合格品的质量分数指标由 $\geq 98.5\%$ 改为 $\geq 98.6\%$ ；
- 修改了氯化铝含量测定方法；

本标准由山东坤宝化工股份有限公司提出。

本标准由东营质量协会归口。

本标准起草单位：山东坤宝化工股份有限公司、沾化鹏辉化工有限公司、山东沾化阳光化学有限公司、滨州坤宝化工有限责任公司、山东瑞海检测有限公司。

本标准主要起草人：张林宝、田茂新、胡光明、王修福、宋来阳、李梅园、赵军、苟海霞、张萌萌、张磊磊、邵海霞、孙海玻、李新安。

工业无水氯化铝

1 范围

本标准规定了工业无水氯化铝的要求，试验方法，检验规则，标志、标签，包装、运输、贮存。

本标准适用于工业无水氯化铝。该产品主要用作有机化学工业的催化剂。

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—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1, 10-菲罗啉分光光度法

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 15258—2009 化学品安全标签编写规定

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 分子式、相对分子质量

3.1 分子式： AlCl_3

3.2 相对分子质量：133.34（按2016年国际相对原子质量）

4 分类

产品分为颗粒和粉末。粉末根据筛分粒度不同，将其分为三类，I类为 $200\mu\text{m}$ ，II类为 $300\mu\text{m}$ ，III类为 $425\mu\text{m}$ 。

5 要求

5.1 外观：

本品为淡黄色、黄色或略带灰色的颗粒或粉末，不应有大于10mm的块状物。

5.2 工业无水氯化铝应符合表1要求。

表 1 要求

项目		指标		
		优等品	一等品	合格品
氯化铝(AlCl_3)的质量分数/%	\geq	99.4	99.0	98.6
铁(以 FeCl_3 计)的质量分数/%	\leq	0.04	0.05	0.08
水不溶物的质量分数/%	\leq	0.05	0.10	0.30
重金属(以 Pb 计)的质量分数/%	\leq	0.006	0.02	0.04
游离铝的质量分数/%	\leq	0.010	—	—

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,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。

6.2 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—2008 中规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

6.3 外观

在自然光下用目视法判定聚乙烯塑料袋中产品的外观。

6.4 氯化铝含量的测定

6.4.1 方法提要

在酸性条件下,加入溴酚蓝指示液,以银电极作为指示电极,双盐桥饱和甘汞电极作参比电极,以硝酸银标准滴定溶液滴定。

6.4.2 试剂和溶液

- 6.4.2.1 95%乙醇;
- 6.4.2.2 硝酸溶液(1+15);
- 6.4.2.3 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$;
- 6.4.2.4 溴酚蓝指示液: 0.1%乙醇溶液;
- 6.4.2.5 淀粉指示剂: 10g/L。

6.4.3 仪器、设备

- 6.4.3.1 自动电位滴定仪: 精度为 2mV/格, 量程-1800.0~+1800.0mV;
- 6.4.3.2 参比电极: 217 型参比电极, 滴定时外套管内盛饱和硝酸钾溶液;
- 6.4.3.3 测量电极: 216(01)型银电极。

6.4.4 分析步骤

6.4.4.1 试验溶液的制备

用内径约 15mm 的无盖称量瓶迅速称取约 2g 试样，精确至 0.0002g。将称量瓶小心放入 250ml 锥形瓶中，用洗瓶沿锥形瓶壁缓慢加入约 30ml 蒸馏水（水位到称量瓶的一半即可），立即盖紧橡胶塞并用力按住，轻轻摇动。待试样全部溶解、氯化氢气体完全被水吸收后，将溶液全部转移到 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液 A，用于氯化铝含量、氯化铁含量的测定。

6.4.4.2 测定

用移液管移取 25mL 试验溶液 A，置于 100mL 烧杯中。加 1 滴溴酚蓝指示液，用硝酸溶液调节溶液的颜色恰呈黄色，加 2 ml 淀粉指示剂，加 15ml 乙醇。放入电磁搅拌子，将烧杯置于电位仪电磁搅拌器上，开动搅拌器，将电极及滴液管插入溶液中，按滴定键，仪器自动进行预滴定，找到终点时仪器自动提示，结束滴定。仪器自动进行补液，结束后显示终点结果（标准滴定溶液体积 V ）。

6.4.5 结果计算

氯化铝含量三氯化铝(AlCl_3)的质量分数 w_1 ，数值以%表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{VcM/1000}{m \times 25/500} \times 100 - 0.822 \times w_2 \quad \text{..... (1)}$$

式中：

V ——测定中消耗的硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）； m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

M ——三氯化铝（ $1/3\text{AlCl}_3$ ）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）
（ $M=44.45$ ）

w_2 ——4.5 测得的铁（以 FeCl_3 计）的质量分数，数值以%表示；

0.822——氯化铁换算为氯化铝的系数。

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 0.2%。

6.5 铁含量的测定

6.5.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.5.2 试剂和溶液

6.5.2.1 95%乙醇；

6.5.2.2 盐酸溶液：1+1；

6.5.2.3 酚酞指示液：1g/L；

6.5.2.4 氨水。

其他同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.5.3 仪器、设备

6.5.3.1 分光光度计：带有 2cm 的吸收池。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 第 6.3 的规定, 用 2cm 吸收池及相应的铁标准溶液用量, 绘制工作曲线。

6.5.4.2 测定

用移液管移取 50mL 试验溶液 A, 置于 100mL 烧杯中。再移取相同体积的水, 置于另一 100mL 烧杯中。以下按 GB/T 3049—2006 6.4 的规定, 自“...必要时, 加水至约 60mL...”开始进行操作。

6.5.5 结果计算

铁含量以三氯化铁(FeCl_3)的质量分数 w_2 计, 数值以%表示, 按式 (2) 计算:

$$w_2 = \frac{[(m_2 - m_1)/1000] \times 2.90}{m \times 50/500} \times 100 \quad \dots \dots \dots (2)$$

式中:

m_2 ——从工作曲线上查出的试验溶液的的铁的质量的数值, 单位为毫克 (mg);

m_1 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液的的铁的质量的数值, 单位为毫克 (mg);

m ——试料的质量的数值, 单位为克 (g)。

2.90——铁换算成氯化铁的系数。

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, 优等品、一等品不大于 0.01%, 合格品不大于 0.02%。

6.6 水不溶物含量的测定

6.6.1 方法提要

将试样溶于水, 过滤、洗涤, 将残渣干燥、称量。

6.6.2 仪器、设备

玻璃砂坩埚: 滤板孔径为 $5\mu\text{m} \sim 15\mu\text{m}$

6.6.3 分析步骤

称取约 10g 试样, 精确至 0.01g。置于干燥的 400mL 烧杯中, 盖上表面皿。缓慢加入 100mL 水溶解 (在通风橱中操作)。用已于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤, 用水洗涤至无氯离子为止 (用硝酸银溶液检验)。将带有水不溶物的玻璃砂坩埚于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

6.6.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_3 计, 数值以%表示, 按式 (3) 计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots \dots \dots (3)$$

式中:

m_2 ——玻璃砂坩埚与水不溶物的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，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优等品、一等品不大于 0.005%，合格品不大于 0.01%。

6.7 重金属含量的测定

6.7.1 方法提要

在微酸性介质中，重金属离子与硫化氢反应，生成硫化物沉淀，形成暗色的悬浮液。与标准比色溶液比较。

6.7.2 试剂和溶液

6.7.2.1 抗坏血酸；

6.7.2.2 乙酸钠缓冲溶液：pH≈3；

6.7.2.3 饱和硫化氢水；此溶液现用现配。

6.7.2.4 铅标准溶液：1mL 溶液含铅（Pb）0.03mg；

配制：用移液管移取 3.0mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液，置于 100 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液有效期为 1 个月。

6.7.3 分析步骤

6.7.3.1 试验溶液的制备

称取 $2.50\text{g}\pm 0.01\text{g}$ （优等品）或 $0.50\text{g}\pm 0.01\text{g}$ （一等品和合格品）试样，小心溶解，必要时过滤。全部转移到 50mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.7.3.2 测定

吸取 30mL 试验溶液，置于 50mL 比色管中。加 0.1g 抗坏血酸，5mL 缓冲溶液，10mL 饱和硫化氢水，用水稀释至刻度，摇匀。于暗处放置 10min。在白色背景下观察，所呈棕色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是取 3.00mL（优等品）、2.00mL（一等品）、4.00mL（合格品）铅标准溶液，置于 50mL 比色管中，加水至体积为 25mL，与试验溶液同时同样处理。

6.8 游离铝含量的测定

6.8.1 方法提要

在三氯化铁存在下，在硫磷混酸介质中，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

6.8.2 试剂和溶液

6.8.2.1 磷酸；

6.8.2.2 硫酸溶液：1+3；

6.8.2.3 三氯化铁溶液：100 g/L；

6.8.2.4 重铬酸钾标准滴定溶液： $c[1/6K_2Cr_2O_7] \approx 0.01 \text{ mol/L}$ ；

6.8.2.5 二苯胺磺酸钠指示液：2.5 g/L。

6.8.3 分析步骤

将冰浴放在电磁搅拌器上。量取 50mL 三氯化铁溶液，置于盛有 100mL 水的 400mL 烧杯中，放入搅拌子，插入温度计。将烧杯置于冰浴中，开动搅拌使溶液冷至 20℃ 以下。

称取约 10g 试样，精确至 0.01g。缓慢地（每次少量）加入到冷的三氯化铁溶液中，保持温度不超过 25℃。试料全溶后，将烧杯从冰浴中取出。加入 4.5mL 硫酸溶液，混匀。再加入 4.5mL~5.0mL 磷酸，混匀。加入 6 滴至 7 滴二苯胺磺酸钠指示液，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至溶液变为紫色即为终点。

空白试验是除不加试样，其他操作和加入的试剂量与试验溶液相同。

6.8.4 结果计算

游离铝含量以铝(Al)的质量分数 w_4 计，数值以%表示，按公式 (4) 计算：

$$w_4 = \frac{(V - V_0)cM}{m \times 1000} \times 100 \quad (4)$$

式中：

V —— 滴定试验溶液所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 —— 滴定空白试验溶液所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c —— 重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m —— 试样质量的数值，单位为克 (g)；

M —— 铝(1/3Al)的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=8.994$)。

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 0.002%。

7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

7.1.1 型式检验：要求中规定的所有指标项目为型式检验项目，在正常情况下每三个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，必须进行型式检验：

- 更新关键生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产又恢复生产；
- 与上次型式检验有较大差异；
- 合同规定。

7.1.2 出厂检验：氯化铝含量、铁含量、游离铝含量为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 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同一级别的工业无水氯化铝为一批，每批产品不超过 30t。

7.3 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中心垂直插入至料层深度的 2/3 处采样。每件所取样品不少于 50 克。取样总量不少于 200g。立即装入两个清洁干燥的广口瓶中，蜡封。瓶上粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、级别、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验，另一瓶保存一个月备查。

7.4 工业无水氯化铝应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的工业无水氯化铝产品都符合本标准要求。

7.5 使用单位有权按照本标准的规定,对所收到的工业无水氯化铝产品进行验收。验收应在货到之日算起的 15 天内进行。

7.6 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样复验。复验的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。

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

8 标志、标签

8.1 包装袋上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、级别、净含量、批号或生产日期、生产许可证编号、本标准编号以及 GB 190—2009 规定的“腐蚀性物质”标志和 GB/T191—2008 规定的“怕湿”标志。

8.2 每批出厂的工业无水氯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、级别、净含量、批号或生产日期、生产许可证编号、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

8.3 工业无水氯化铝的包装上应加贴或者拴挂符合 GB15258—2008 规定的《化学品安全标签》。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业无水氯化铝采用双层包装。外包装采用塑料桶或编织袋包装,包装材料符合《铁路危险货物运输管理规则》《汽车危险货物运输管理规则》的规定。内包装采用双层聚乙烯或聚氯乙烯塑料袋。包装时将袋内空气排净后,扎紧袋口。每桶净含量 25kg、50kg、60kg;每袋净含量为 25kg、50kg;每包净含量为 280kg、350kg、400kg、500kg、600kg。工业无水氯化铝的包装质量必须符合《危险货物运输包装通用技术条件》规定的性能试验和检验。

9.2 工业无水氯化铝在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。严禁与食用物品、有机物及酸类物品混运。

9.3 工业无水氯化铝应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内,防止雨淋、受潮。严禁与食用物品、有机物及酸类物品混贮。

9.4 在符合本标准贮存运输条件下,从出厂日期起,工业无水氯化铝产品保质期为六个月。