

前 言

本标准是对原中华人民共和国专业标准 ZB G13 001—1988《醋酸乙烯合成触媒载体活性炭》(1989-06-01 实施)的修订。

本标准将原 ZB G13 001—1988 标准中技术指标中粒度一项,目数(日本 JIS 标准筛目)全部改为颗粒尺寸(μm)。

本标准删去原 ZB G13 001—1988 技术指标中最小流动化速度这一指标。

本标准从实施之日起,代替 ZB G13 001—1988。

本标准由国家林业局提出并归口。

本标准起草单位:中国林业科学研究院林产化学工业研究所。

本标准主要起草人:施荫锐。

本标准 1988 年首次发布。

中华人民共和国国家标准

乙酸乙烯合成触媒载体活性炭

GB/T 13803.5—1999

Catalyst support activated carbon
for vinyl acetate synthesis

1 范围

本标准规定了乙酸乙烯合成触媒载体活性炭的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存要求。

本标准适用于以植物果壳、果核为原料,经炭化进而用气体活化制得的不定型颗粒活性炭。本产品
在乙炔法流化床合成乙酸乙烯生产中用作触媒载体。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988	化学试剂	滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
GB/T 602—1988	化学试剂	杂质测定用标准溶液的制备
GB/T 603—1988	化学试剂	试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 12496.1—1999	木质活性炭试验方法	表观密度的测定
GB/T 12496.2—1999	木质活性炭试验方法	粒度分布的测定
GB/T 12496.4—1999	木质活性炭试验方法	水分含量的测定
GB/T 12496.7—1999	木质活性炭试验方法	pH值的测定
GB/T 13803.4—1999	针剂用活性炭	

3 技术要求

3.1 外观

黑色不规则小颗粒,无臭,无味。

3.2 质量指标

应符合表1要求。

表 1

项 目	指 标	
	A 类	B 类
表观密度, g/mL	0.385~0.420	0.385~0.440
水分 ¹⁾ , %	≤ 3	3
粒度		
大于 710 μm, %	≤ 0.5	0.5
355 μm~600 μm, %	≥ 87	85
小于 300 μm, %	≤ 1.5	3.0
平均粒径, μm	440~490	440~490
乙酸吸附量, mg/g	530	500
乙酸锌吸附量, g/100 mL	7	6
强度, %	73	70
pH 值	5~7	5~7
1) 水分系指生产厂包装时数值。		

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和三级水。试剂中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定配制。

4.1 表观密度的测定

按 GB/T 12496.1 进行测定。

4.2 水分含量的测定

按 GB/T 12496.4 进行测定。

4.3 粒度分布的测定

按 GB/T 12496.2 进行测定。

4.4 pH 值的测定

按 GB/T 12496.7 进行测定。

4.5 乙酸吸附量的测定

4.5.1 仪器和设备

- a) 乙酸吸附仪(如图 1 所示);
- b) 甘油浴;
- c) 玻璃温度计, 200℃;
- d) 恒温干燥箱。

4.5.2 试剂

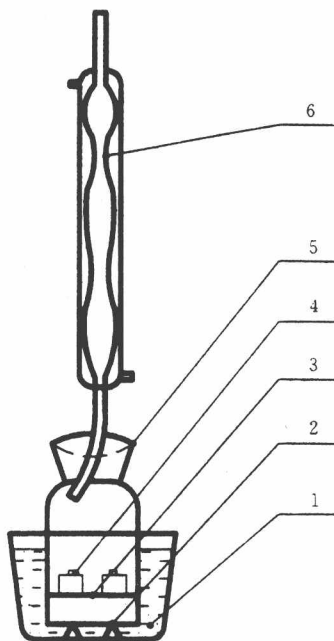
冰乙酸(GB/T 676)。

4.5.3 操作步骤

预先将甘油浴加热到 120℃。

试样在干燥箱中于(140±10)℃烘干 2 h,在干燥器中冷却至室温,在已烘干至恒重的称量瓶(直径 30 mm,高 30 mm)中称取已经干燥的试样 2.00 g(称准至 0.2 mg),取下称量瓶盖,立即用镊子夹住称量瓶放入盛有冰乙酸的乙酸吸附仪内的托盘上,装上回流冷凝管,然后将吸附仪浸入温度为 120℃的甘油浴中,使称量瓶的位置处于油平面以下。继续加热油浴,使油温达到(130±1)℃,在此温度下保持 30 min(油浴应不断搅拌,以便油温均匀)。然后将吸附仪从油浴中提出,经 5 min 后用镊子取出称量瓶,立

即盖上瓶盖,在干燥器中冷却至室温后(20~30 min)后称量。



1—甘油浴; 2—冰乙酸; 3—托盘; 4—试样; 5—乙酸吸附瓶; 6—回流冷凝管

图 1 乙酸吸附仪示意图

4.5.4 结果计算:

见式(1)。

$$X = \frac{m_1 - m}{m} \times 1000 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——每克活性炭吸附的乙酸量,mg/g;

m_1 ——试样吸附乙酸后的质量,g;

m ——试样的质量,g。

4.6 乙酸锌吸附值的测定

4.6.1 仪器和设备

- a) 高温电炉;
- b) 恒温水浴;
- c) 电热恒温干燥箱。

4.6.2 试剂

- a) 氧化锌(GB 1260),基准试剂;
- b) 氨水(GB/T 631);
- c) 氯化铵(GB/T 658);
- d) 铬黑 T(HGB 3086),指示剂;
- e) 乙二胺四乙酸二钠(GB/T 1401);
- f) 盐酸(GB/T 622),1+1 溶液;
- g) 盐酸羟胺(GB/T 6685);
- h) 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ (HG3—1098),120 g/L 溶液。

4.6.3 溶液

4.6.3.1 (44+56)氨水溶液。

4.6.3.2 氨-氯化铵缓冲溶液:称取 54 g(称准至 0.01 g)氯化铵,溶于 200 mL 水,加 300 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL。

4.6.3.3 铬黑 T 指示液:称取 0.5 g 铬黑 T 和 2.0 g 盐酸羟胺溶于乙醇,并用乙醇稀释至 100 mL。

4.6.3.4 0.02 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液:称取 8.0 g 乙二胺四乙酸二钠,溶于 1 000 mL 水中。

标定:称取 0.40 g(称准至 0.2 mg)于 800℃灼烧至恒重的氧化锌于 100 mL 烧杯中,用少许水湿润,滴加(1+1)盐酸[4.6.2f)]至样品溶解,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至标线、摇匀。准确吸取此溶液 25 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加水 70 mL,加 1 滴甲基橙指示剂,滴加氨水(4.6.3.1),中和至 pH=7~8(由橙色变为黄色),加 10 mL 缓冲溶液(4.6.3.2),加 5 滴铬黑 T 指示液(4.6.3.3),用新配置的乙二胺四乙酸二钠溶液滴定,至紫色变为纯蓝色。同时做空白试验。

乙二胺四乙酸二钠溶液的浓度按式(2)计算:

$$c = \frac{100m_1}{81.38(V_1 - V_2)} \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——乙二胺四乙酸二钠溶液的浓度, mol/L;

m_1 ——氧化锌的质量, g;

V_1 ——乙二胺四乙酸二钠溶液的用量, mL;

V_2 ——空白试验中乙二胺四乙酸二钠溶液的用量, mL;

81.38——氧化锌的摩尔质量, g/mol。

4.6.4 操作步骤

称取试样(按 4.5.3 同样处理)10.0 g(称准至 0.2 mg),置于 250 mL 磨口锥形瓶中,用移液管准确加入 50 mL 乙酸锌溶液[4.6.2h)],塞上塞子,并将锥形瓶置于恒温水浴中。在(30±1)℃下保持 2 h,在保温期间应经常摇动瓶子。吸附完毕后,用干燥的滤纸和干燥的漏斗过滤,弃去初漏液 15 mL,准确吸取滤液 1 mL 置于 250 mL 的锥形瓶中,加入 10 mL 水,滴加缓冲溶液(4.6.3.2)至白色沉淀消失,而溶液澄清为止,加入铬黑 T 指示液(4.6.3.3)5 滴,以乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色为终点。同时吸取 1 mL 乙酸锌溶液以同样程序进行空白试验。

4.6.5 结果计算

按式(3)。

$$X = \frac{50 \times 0.1835(V_0 - V) \times c \times D \times 100}{m} = \frac{917.5(V_0 - V) \times c \times D}{m} \dots\dots(3)$$

式中: X ——乙酸锌吸附量, g/mL;

V_0 ——空白试验所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

V ——试样溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L;

D ——试样的表观密度(充填密度), g/mL;

m ——试样的质量, g;

183.5——乙酸锌的摩尔质量, g/mol。

4.7 强度的测定

4.7.1 主要仪器

- a) 转鼓:如图 2 所示,包括直径 14 mm 的钢球 10 粒;
- b) 传动装置:能使转鼓保持轴向水平转动 66 r/min;
- c) 标准筛;
- d) 振筛机:旋转数 220~250 r/min,扣击数 125~150 次/min;
- e) 秒表;
- f) 恒温干燥箱。

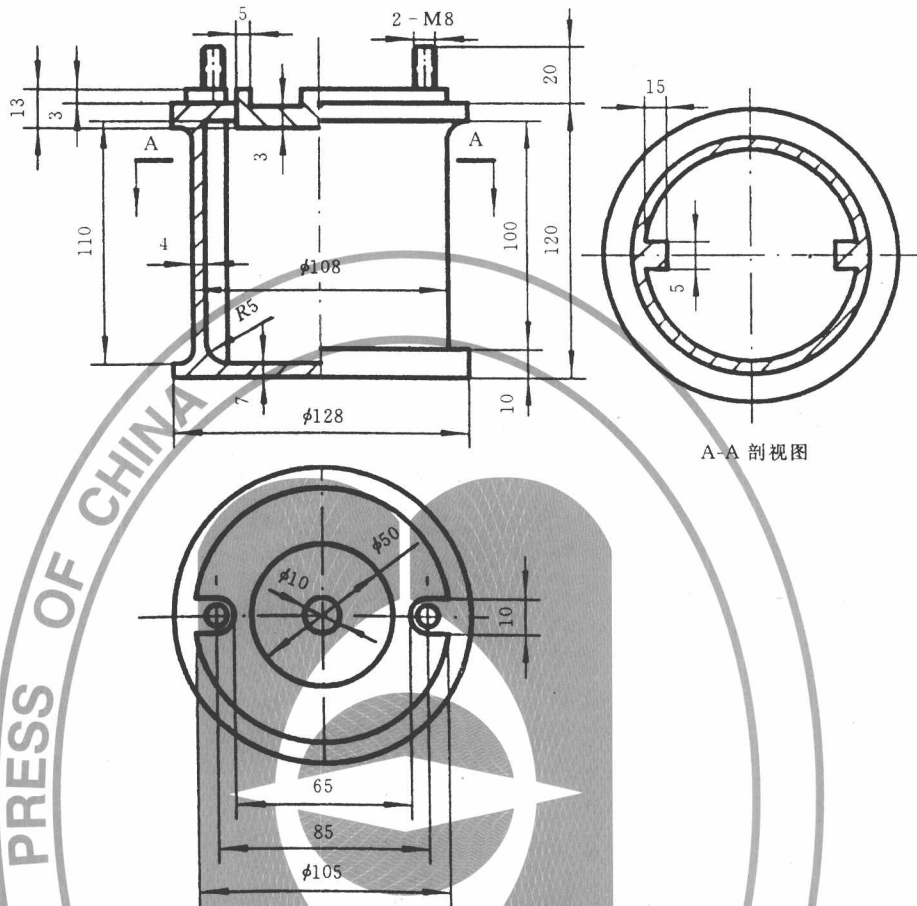


图 2 转鼓结构图

4.7.2 测定

将测定粒度时所保留的 425 μm~500 μm 试样在 130~150℃ 烘干 5 h, 在干燥器中冷却到室温后称取 50 g(称准至 0.01 g), 置于转鼓中, 并向转鼓中加入直径为 14 mm 的钢球 10 粒, 拧紧转鼓盖, 将其置于传动装置上, 以 66 r/min 的转速轴向水平转动 15 min。取出试样, 置于筛孔为 425 μm 的标准筛上, 在振筛机上振筛 5 min, 称取截留在筛孔 425 μm 筛上的试样的质量。

4.7.3 计算和结果的表示

强度 A 按式(4)计算:

$$A = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: A——强度, %;

m_1 ——截留在 425 μm 筛孔标准筛上的试样质量, g;

m ——球磨前的试样质量, g。

5 检验规则

按 GB/T 13803.4—1999 第 5 章执行。

6 标志、包装、运输、贮存

按 GB/T 13803.4—1999 第 6 章执行。