

ICS 71.060.50

CCS G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

α -三氢化铝

α -Aluminium hydride

征求意见稿

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第一部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：中海油天津化工研究设计院有限公司、河南纳宇新材料有限公司。

本文件主要起草人： 。

α -三氢化铝

1 范围

本文件规定了 α -三氢化铝的要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于 α -三氢化铝。

注：该产品作为固体储氢材料用于车载动力燃料电池系统，作为航空航天燃料、高能火炸药的添加剂等，也作为化学反应的还原剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定

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 21782.13 粉末涂料 第 13 部分：激光衍射法分析粒度

JY/T 0580 元素分析仪分析方法通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： AlH_3

相对分子质量：30.01（按 2022 年国际相对原子质量）

5 要求

5.1 外观：白色至浅灰色晶状粉末。

5.2 α -三氢化铝按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
α -三氯化铝（ α -AlH ₃ ）w/% ≥	96.5	91.0	90.0
密度/（g/cm ³ ）	1.40~1.50		
粒径（D ₉₀ ）/μm ≤	200.0		
晶型	α 型		
注：产品 α 型晶型纯度要求由供需双方协商确定。			

6 试验方法

警告：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的三级水。

6.2 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。

6.3 α -三氯化铝含量的测定

6.3.1 原理

试样在纯氧条件下高温燃烧，其中氢元素生成水蒸气，与载气一同通过热铜管等，除去剩余氧，经分离其他杂质气后，通过检测器检测定量。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 标准物质：可选标准物质见表 2。

表 2

名称	分子式	w (H) %
三乙醇胺	C ₆ H ₁₅ NO ₃	10.3
苯甲酸	C ₇ H ₆ O ₂	4.95
联苯	C ₁₂ H ₁₀	6.54
硬脂酸	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	12.76
蔗糖	C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁	6.48
邻苯二甲酸氢钾	C ₈ H ₅ KO ₄	2.45

6.3.2.2 高纯氧：氧（O₂）纯度（体积分数）不小于 99.999 %。

6.3.2.3 高纯氩（或高纯氦）：氩（或氦）（Ar 或 He）纯度（体积分数）不小于 99.999 %。

6.3.2.4 锡舟或锡纸。

6.3.3 仪器设备

元素分析仪：可分析氢（H）元素含量；由加热装置、气体处理系统和检测系统组成。

6.3.4 试验步骤

6.3.4.1 仪器调试

开启仪器，参照 JY/T 0580 进行仪器调试，按照说明书要求调节高纯氧量、高纯氩（或高纯氦）量并对仪器进行多次空白试验，完成仪器日校正与仪器条件优化。

6.3.4.2 仪器测试条件

推荐仪器测试条件如下：

——CHNS模式；

——燃烧炉温度控制范围：900 °C～1150 °C；

——还原炉温度控制范围：550 °C～850 °C；

——高纯氩流量：200 mL/min；

——高纯氧流量：28 mL/min～30 mL/min。

6.3.4.3 试验

称取约 3 mg～10 mg 试样（精确至 0.000 2 g），置于锡舟或锡纸中，并包裹、压实后放入进样盘。调整元素分析仪至最佳工作状态，进行试验。

6.3.5 试验数据处理

α -三氢化铝含量以 α -三氢化铝（ AlH_3 ）质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{Bm_e w_e}{Cm_a} \times 9.9226 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

B ——除去空白后样品中氢元素响应值；

m_e ——标准物质的质量，单位为毫克（mg）；

w_e ——标准物质中氢元素含量的数值，单位为百分比（%）；

C ——除去空白后标准物质中氢元素的响应值；

m_a ——样品质量的数值，单位为毫克（mg）。

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 %。

6.4 密度的测定

准确称取 $15.0\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，按GB/T 4472—2011中的4.2.2，以甲苯作为测定介质，密度瓶法进行测定。

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 0.01 g/cm^3 。

6.5 粒径分布的测定

称取 $3\text{ g} \sim 5\text{ g}$ 试样，按GB/T 21782.13中规定的方法测定试样粒径。

6.6 晶型的测定

产品晶型用X射线衍射仪进行谱图分析，晶型及晶型纯度测定方法及仪器条件见附录A。

7 检验规则

7.1 本文件规定的所有指标项目为出厂检验项目，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 α -三氢化铝为一批。每批产品不超过 0.5 t 。

7.3 按GB/T 6678的规定确定采样单元数。将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 $3/4$ 处采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 200 g 。将样品分装于两个清洁、干燥的样品袋中，抽真空后密封保存。并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间根据生产企业需求确定。

7.4 采用GB/T 8170规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

7.5 检验结果如有指标不符合本文件要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。

8 标志、标签和随行文件

8.1 α -三氢化铝包装桶上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本文件编号及GB 190中规定的“遇水放出易燃气体的物质”标签、GB/T 191—2008表1中规定的“向上”“怕雨”“怕晒”“禁止翻滚”标志。

8.2 每批出厂的 α -三氢化铝产品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、本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 α -三氢化铝产品内包装采用 1 kg /塑料袋独立真空袋，外包装为金属密封桶，每桶净含量为 10 kg 、 20 kg ，也可根据用户要求的规格进行包装。

9.2 α -三氢化铝在运输过程中，应防止雨淋、受热、受潮，严禁发生摩擦或猛烈碰撞。

9.3 α -三氢化铝应贮存在通风、阴凉（不超过 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）、干燥的库房内，防止雨淋、受热、受潮。

9.4 α -三氢化铝产品在通风、阴凉（不超过 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）、干燥条件下保存期不超过6个月，真空冷冻（ $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ ）条件下保存期不超过24个月。

10 安全

氢化铝(AlH_3)的联合国编号(UN)为2463,属于GB 12268中的4.3类,该产品在超温,受潮或猛烈撞击下可能会释放出氢气,使用者应保证产品的使用安全。

附 录 A
(资料性)
晶型纯度测定方法及仪器条件

A.1 晶型纯度测定方法

A.1.1 全谱拟合法

参照GB/T 30904，使用X射线衍射仪测定试样衍射数据与标准 α -三氢化铝物相PDF卡片相对比，全谱拟合法得出试样的晶型纯度，并以百分率(%)表示。

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3.0%。

A.1.2 *K*值法

A.1.2.1 原理

参见YB/T 5320。

A.1.2.2 试剂或材料

硅粉：纯度不小于99.9%，颗粒尺寸不大于45 μm 。

A.1.2.3 仪器设备

X射线衍射仪。

A.1.2.4 试验步骤

称取适量试样，放入玛瑙研钵中缓慢研磨，至全部通过45 μm 筛网。

准确称取硅粉（精确至0.000 2 g）适量，与准确称取的研磨过筛后试样按照一定比例（推荐1:9或2:8）混合后放入玛瑙研钵中继续研磨20 min~30 min，使其混合均匀。以此为待测试样，调整仪器条件见表A.1，参照YB/T 5320测定产品晶型纯度。

晶型纯度以质量分数(%)表示。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2.0%。

A.2 X射线衍射仪测定参考条件

X射线衍射测定参考条件见表A.1。

表 A.1

序 号	项 目	要 求
1	阳极靶材	Cu靶（1.5406 nm）
2	工作电压电流	40 kV，40 mA
3	扫描方式	步进扫描
4	步长及停留时间	0.02°，0.1s

5	衍射仪扫描范围 (2θ)	$10^{\circ}\sim 80^{\circ}$
6	扫描速度	$3^{\circ}/\text{min}$

参 考 文 献

- [1] GB/T 30904 无机化工产品 晶型结构分析 X射线衍射法
 - [2] YB/T 5320 金属材料定量相分析——X射线衍射 K 值法
-