

ICS 71.060.10; 71.060.20; 71.060.50
G 12; G 13

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5548~5551—2019

合成水滑石聚烯烃吸酸剂、 合成水滑石吸附剂、高钙金属钠 和工业三氧化二硼（硼酐） (2019)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5548—2019	合成水滑石聚烯烃吸酸剂	(1)
HG/T 5549—2019	合成水滑石吸附剂	(13)
HG/T 5550—2019	高钙金属钠	(25)
HG/T 5551—2019	工业三氧化二硼（硼酐）	(35)

ICS 71.060.50
G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5549—2019

合成水滑石吸附剂

Synthetic hydrotalcite adsorbent

2019-12-24 发布

2020-07-01 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技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本标准起草单位：北京化工大学、江苏隆昌化工有限公司、山东万新威纳材料科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、浙江水知音环保科技有限公司、潍坊科澜新材料有限公司。

本标准主要起草人：雷晓东、段雪、张剑宇、孔祥贵、吴春江、李军、杜松、俞明华、于日壮、李霞、郭凤鑫、赵美敬。

合成水滑石吸附剂

1 范围

本标准规定了合成水滑石吸附剂的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于合成水滑石吸附剂，该产品主要用作水处理和土壤修复的吸附剂等。

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/T 191—2008 包装储运图示标志

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

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—2011 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

HG/T 3820—2013 合成水滑石分析方法

3 分子式通式

分子式通式：

$$[M_{1-x}^{2+} M_x^{3+} (\text{OH})_2]^{x+} A_{x/n}^{n-} \cdot m \text{H}_2\text{O}$$

M^{2+} ——2价金属阳离子；

M^{3+} ——3价金属阳离子；

A^{n-} ——层间阴离子；

x ——3价金属阳离子所占摩尔分数；

n ——阴离子的价态值；

m ——层间水的数量。

4 分类

合成水滑石吸附剂分为五种类型：

——I型为镁铝摩尔比为2:1的镁铝碳酸根型水滑石，分子式为 $\text{Mg}_4\text{Al}_2(\text{OH})_{12}\text{CO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ；

- Ⅱ型为镁铝摩尔比为 3 : 1 的镁铝硝酸根型水滑石, 分子式为 $\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{OH})_{16}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$;
 ——Ⅲ型为锌铝摩尔比为 2 : 1 的锌铝碳酸根型水滑石, 分子式为 $\text{Zn}_4\text{Al}_2(\text{OH})_{12}\text{CO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$;
 ——Ⅳ型为锌铝摩尔比为 3 : 1 的锌铝硝酸根型水滑石, 分子式为 $\text{Zn}_6\text{Al}_2(\text{OH})_{16}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$;
 ——Ⅴ型为钙铝摩尔比为 2 : 1 的钙铝碳酸根型水滑石, 分子式为 $\text{Ca}_4\text{Al}_2(\text{OH})_{12}\text{CO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 。

5 要求

5.1 外观: 白色粉末。

5.2 合成水滑石吸附剂按本标准规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项 目	指 标														
	I 型			II 型			III 型			IV 型			V 型		
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
氧化镁 (MgO) <i>w</i> /%	31.5~36.8			36.8~42.5			—			—			—		
氧化铝 (Al ₂ O ₃) <i>w</i> /%	18.7~22.0			15.7~18.7			13.6~16.7			11.8~13.6			17.5~19.5		
氧化锌 (ZnO) <i>w</i> /%	—			—			47.9~54.2			54.2~64.4			—		
氧化钙 (CaO) <i>w</i> /%													39.8~41.8		
MgO 与 Al ₂ O ₃ 摩尔比	3.6~5.0			5.0~6.8			—			—			—		
ZnO 与 Al ₂ O ₃ 摩尔比	—			—			3.6~5.0			5.0~6.8			—		
CaO 与 Al ₂ O ₃ 摩尔比	—			—			—			—			3.8~4.2		
pH (20 g/L 悬浮液)	7.0~9.0												7.0~10.0		
白度 ≥	90												—		
干燥减量 (105 ℃) <i>w</i> /% ≤	2.0												5.0		
激光粒径 (<i>D</i> ₉₀) /μm ≤	10.0												—		
电镜平均粒径/μm ≤	3.0												—		
团聚指数	30												—		
比表面积/(m ² /g) ≥	10												5		
重金属 (以 Pb 计)/(mg/kg) ≤	5	10	20	5	10	20	5	10	20	5	10	20	5	10	20
铁 (Fe) <i>w</i> /% ≤	0.005	0.01	0.03	0.005	0.01	0.03	0.005	0.01	0.03	0.005	0.01	0.03	0.005	0.01	0.03
氟离子吸附容量/(mg/g) ≥	20	15	10	15	10	5	25	15	10	20	15	10	15	10	5

6 试验方法

6.1 警示

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! 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。

6.2 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。试验中所用标准滴定溶液、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—2011、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 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。

6.4 氧化镁含量的测定

按 HG/T 3820—2013 中 3.5.1 的规定进行测定。

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 0.2%。

6.5 氧化铝含量的测定

按 HG/T 3820—2013 中 3.6 的规定进行测定。

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 0.2%。

6.6 氧化锌含量的测定

按 HG/T 3820—2013 中 3.7 的规定进行测定。

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 0.2%。

6.7 氧化钙含量的测定

6.7.1 原理

用三乙醇胺掩蔽 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 等离子，在 pH 大于 12 的介质中，以钙试剂羧酸钠盐指示剂为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙离子。

6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 无水乙醇。

6.7.2.2 盐酸溶液：1+1。

6.7.2.3 氢氧化钠溶液：100 g/L。

6.7.2.4 三乙醇胺溶液：1+3。

6.7.2.5 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

6.7.2.6 钙试剂羧酸钠盐指示剂。

6.7.3 试验步骤

称取约 1 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于烧杯中，加入适量无水乙醇润湿试样，盖上表面皿，加入 6 mL~7 mL 盐酸溶液（使试样溶解即可）。加热至沸，煮沸 1 min~2 min。冷却，转移至 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 25 mL 试验溶液，置于 250 mL 锥形瓶中。加入 85 mL 水，再加入 5 mL 三乙醇胺溶液和少量钙试剂羧酸钠盐指示剂，用氢氧化钠溶液调成酒红色，并过量 0.5 mL，用乙二胺四乙酸

二钠（EDTA）标准滴定溶液滴定至纯蓝色为终点。

同时做空白试验。除不加试料外，其他加入的试剂种类和量与试验溶液完全相同，并与试验溶液同样处理。

6.7.4 试验数据处理

氧化钙含量以氧化钙（CaO）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0) c M \times 10^{-3}}{m \times (25/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——氧化钙的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=56.08$ ）；

m ——试料的质量的数值，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%。

6.8 MgO 与 Al₂O₃ 摩尔比

按 HG/T 3820—2013 中 3.8 的规定进行计算。

6.9 ZnO 与 Al₂O₃ 摩尔比

按 HG/T 3820—2013 中 3.9 的规定进行计算。

6.10 CaO 与 Al₂O₃ 摩尔比

CaO 与 Al₂O₃ 摩尔比，按公式（2）计算：

$$\frac{n(\text{CaO})}{n(\text{Al}_2\text{O}_3)} = \frac{w_1/56.08}{w_2/102.0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_1 ——按 6.7 测得的氧化钙（CaO）的质量分数；

w_2 ——按 6.5 测得的氧化铝（Al₂O₃）的质量分数；

56.08——氧化钙（CaO）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）；

102.0——三氧化二铝（Al₂O₃）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）。

6.11 pH（20 g/L 悬浮液）的测定

按 HG/T 3820—2013 中 3.12 的规定进行测定。

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 0.2。

6.12 白度的测定

按 HG/T 3820—2013 中 3.13 的规定进行测定。

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 1。

6.13 干燥减量（105℃）的测定

按 HG/T 3820—2013 中 3.14 的规定进行测定。

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 0.03%。

6.14 激光粒径 (D_{90}) 的测定

按 HG/T 3820—2013 中 3.3 的规定进行测定。

6.15 电镜平均粒径的测定

按 HG/T 3820—2013 中 3.15 的规定进行测定。

6.16 团聚指数的测定

按 HG/T 3820—2013 中 3.4 的规定进行测定。

6.17 比表面积的测定

按 HG/T 3820—2013 中 3.16 的规定进行测定。

6.18 重金属含量的测定

按 HG/T 3820—2013 中 3.10 的规定进行测定。

6.19 铁含量的测定

按 HG/T 3820—2013 中 3.11 的规定进行测定。

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 0.001%。

6.20 氟离子吸附容量的测定

6.20.1 原理

以氟电极为指示电极、饱和甘汞电极为参比电极，用一次标准加入法测定试样吸附氟后溶液中的氟离子浓度，根据吸附前后的氟离子浓度计算出氟离子吸附容量。

6.20.2 试剂或材料

6.20.2.1 硝酸溶液：1+15。

6.20.2.2 硝酸溶液：1+5。

6.20.2.3 氢氧化钠溶液：10 g/L。

6.20.2.4 氢氧化钠溶液：40 g/L。

6.20.2.5 氢氧化钠溶液：250 g/L。

6.20.2.6 氟化钠标准溶液：1 mL 溶液含氟化钠 (NaF) 0.1 mg。

称取 0.100 g 氟化钠，溶于水，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存于聚乙烯瓶中备用。

用移液管移取 50 mL 上述溶液，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。

6.20.2.7 氟标准溶液 I：1 mL 溶液含氟 (F) 0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按照 HG/T 3696.2—2011 配制的氟标准贮备溶液（也可直接购买有证标准

物质溶液), 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。贮存于聚乙烯瓶中备用。

6.20.2.8 氟标准溶液 II: 1 mL 溶液含氟 (F) 2 mg。

称取 0.442 g 氟化钠, 溶于水, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。

6.20.2.9 总离子强度调节剂。

称取 294.0 g 二水合柠檬酸三钠和 20.0 g 硝酸钾, 溶于约 800 mL 水中, 用硝酸溶液 (1+5) 调节溶液的 pH 至 6.0, 再用水稀释到 1 000 mL, 摇匀。

6.20.2.10 溴甲酚绿指示剂: 10 g/L。

称取 1 g 溴甲酚绿指示剂, 溶于 100 mL 无水乙醇中。

6.20.3 仪器设备

6.20.3.1 氟离子选择电极。

6.20.3.2 饱和甘汞电极。

6.20.3.3 电位计或离子计: 精度 0.1 mV。

6.20.3.4 电磁搅拌器。

6.20.4 试验步骤

6.20.4.1 氟电极实际斜率测定

分别移取 1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、10.00 mL 氟标准溶液 I, 置于 100 mL 容量瓶中, 加入 3 滴溴甲酚绿指示剂, 用氢氧化钠溶液 (见 6.20.2.4 或 6.20.2.5) 或硝酸溶液 (见 6.20.2.1 或 6.20.2.2) 调节至溶液恰成黄色, 加入 10 mL 总离子强度调节剂, 用水稀释到刻度, 摇匀, 静置 30 min。

在 150 mL 烧杯中加入一定量的水, 置于电磁搅拌器上, 插入氟离子选择电极和饱和甘汞电极, 开动搅拌器, 更换烧杯中水数次, 直至电位计显示的电位值达到氟电极的空白电位。

按氟的质量浓度从低到高, 将溶液倒入干燥的 150 mL 烧杯中, 置于电磁搅拌器上, 插入氟离子选择电极和饱和甘汞电极, 开动电磁搅拌器, 当电位值达到平衡时 (电位变化在 5 min 内不大于 0.5 mV) 停止搅拌, 15 s 后记录电位值 E_x 。

以氟的质量浓度 c_F 的对数为横坐标、对应的电位值 E_x 为纵坐标, 绘制工作曲线。利用一元线性回归方程计算该电极的实际斜率。

注: 测量每个溶液时, 电极插入的深度、搅拌速度、溶液温度应保持一致。氟离子选择电极斜率理论值为 59.2。当电极实际斜率低于 55.0 时, 则抛光电极或更换新的电极。

6.20.4.2 试验溶液的制备

用移液管移取 100 mL 氟化钠标准溶液, 置于聚乙烯烧杯中。称取约 0.1 g 试样 (精确至 0.000 2 g), 加入聚乙烯烧杯中。用氢氧化钠溶液 (6.20.2.3) 调节溶液 pH 值至中性 (用 pH 试纸检验)。将聚乙烯烧杯置于电磁搅拌器上, 盖上表面皿, 搅拌 90 min 后, 静置 10 min。

用移液管移取 50 mL 上层清液, 置于 100 mL 容量瓶中, 加入 3 滴溴甲酚绿指示剂, 用硝酸溶液 (见 6.20.2.1 或 6.20.2.2) 调节至溶液恰成黄色, 加入 10 mL 总离子强度调节剂, 用水稀释至刻度, 摇匀, 静置 30 min。

6.20.4.3 试验

将试验溶液转入干燥的 150 mL 烧杯中，置于电磁搅拌器上，插入氟电极和饱和甘汞电极，开动电磁搅拌器，待电位达到平衡时停止搅拌，15 s 后记录电位值 E_1 。立即加入 1.00 mL 氟标准溶液 II，开动电磁搅拌器，待电位值达到平衡后停止搅拌，15 s 后记录电位值 E_2 。

加入的氟标准溶液 II 中的氟质量 ($c_s V_s$) 宜与试验溶液中的氟质量 ($c_x V_x$) 相近。在实际操作中可根据 E_1 的数值选择加入不同浓度的氟标准溶液，控制 E_1 与 E_2 的差值 ΔE 为 20 mV~40 mV。

6.20.5 试验数据处理

氟离子吸附容量以 Q 计，数值以 mg/g 表示，按公式 (3) 计算：

$$Q = \left(2.26 - \frac{c_s V_s}{10^{\Delta E/S} - 1} \right) \cdot \frac{2}{m} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

2.26——吸附前试验溶液中的氟质量的数值，单位为毫克 (mg)；

c_s ——加入的氟标准溶液的浓度的数值，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

V_s ——加入的氟标准溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

ΔE ——试验溶液加入氟标准溶液前后的响应电位值之差 ($E_2 - E_1$) 的数值，单位为毫伏 (mV)；

S ——氟离子选择电极的实际斜率；

m ——试料的质量的数值，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 1 mg/g。

7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验：

a) 要求中规定的所有指标项目为型式检验项目。

在正常生产情况下，每 3 个月至少进行 1 次型式检验。

在下列情况之一时，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。

b) 下列为各型产品的出厂检验项目，应逐批检验：

- I 型、II 型要求中规定的氧化镁含量、氧化铝含量、MgO 与 Al_2O_3 摩尔比、pH、白度、干燥减量、激光粒径 (D_{90})、重金属含量、铁含量、氟离子吸附容量；
- III 型、IV 型要求中规定的氧化铝含量、氧化锌含量、ZnO 与 Al_2O_3 摩尔比、pH、白度、干燥减量、激光粒径 (D_{90})、重金属含量、铁含量、氟离子吸附容量；
- V 型要求中规定的氧化铝含量、氧化钙含量、CaO 与 Al_2O_3 摩尔比、pH、干燥减量、重金属含量、铁含量、氟离子吸附容量。

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类型、同一等级的合成水滑石吸附剂为一批。每批产品不超过 10 t。

7.3 按照 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插入料层深度的 3/4 处采样。将所采样品混匀，用四分法缩分至不少于 100 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封，并粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、型号、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验；另一份保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

7.4 检验结果如有指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中采样复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批产品为不合格品。

7.5 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。

8 标志、标签

8.1 合成水滑石吸附剂包装上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、等级、净含量、批号（或生产日期）和本标准编号以及 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”“怕雨”的标志。

8.2 每批出厂的合成水滑石吸附剂都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、等级、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。

9 包装、运输、贮存

9.1 合成水滑石吸附剂采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，内袋包装时将袋内空气排净后，袋口用维尼龙绳扎紧，或用与其相当的其他方式封口，应严密不漏；外包装采用铝塑编织袋，外包装袋应牢固缝合或热合封口，应无漏缝和跳线。每袋净含量为 10 kg、15 kg、20 kg。或根据用户要求协商确定包装方式及净含量。

9.2 合成水滑石吸附剂在运输中应有遮盖物，防止日晒、雨淋、受潮。

9.3 合成水滑石吸附剂应贮存在阴凉、通风、干燥处、防止日晒、雨淋、受潮。