

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 71.060.10
G 13

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5550—2019

高钙金属钠

High-calcium sodium metal

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：内蒙古兰太实业股份有限公司、山东默锐科技有限公司、洛阳万基金属钠有限公司、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、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：田蕾、刘旺之、毛克成、俞明华、闫雅婧、乌英嘎、程文学、张春梅、杨薇、王莹、王彦。

高钙金属钠

警示——按 GB 12268—2012 第 6 章的规定，本产品属第 4 类 4.3 项遇水放出易燃气体物质，操作时应小心谨慎。本试验方法中试样和使用的部分试剂具有毒性、易燃性或腐蚀性，必须在通风橱中小心谨慎操作！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用易燃品时，严禁使用明火加热。

1 范围

本标准规定了高钙金属钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于高钙金属钠。该产品主要用于有机产品的合成和化工生产的原料等。

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 190 危险货物包装标志

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

GB 12268—2012 危险货物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

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 3696.3 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

JT/T 617.1 危险货物道路运输规则 第 1 部分：通则

JT/T 617.2 危险货物道路运输规则 第 2 部分：分类

JT/T 617.3 危险货物道路运输规则 第 3 部分：品名及运输要求索引

JT/T 617.4 危险货物道路运输规则 第 4 部分：运输包装使用要求

JT/T 617.5 危险货物道路运输规则 第 5 部分：托运要求

JT/T 617.6 危险货物道路运输规则 第 6 部分：装卸条件及作业要求

JT/T 617.7 危险货物道路运输规则 第 7 部分：运输条件及作业要求

铁路危险货物运输管理暂行规定

3 分子式和相对分子质量

分子式：Na

相对分子质量：22.99（按 2016 年国际相对原子质量）

4 要求

4.1 外观：银灰色块状，新切断面呈银白色。

4.2 高钙金属钠按本标准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
金属钠 (Na) $w/\%$	60.0~85.0
钙 (Ca) $w/\%$	15.0~40.0

5 试验方法

5.1 一般规定

本标准所用的试剂和水，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。试验中所用的标准滴定溶液、制剂和制品，在没有注明其他规定时，均按 HG/T 3696.1 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

5.2 外观判别

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。

5.3 钠含量的测定

5.3.1 原理

高钙金属钠与乙醇反应再经水解定量生成氢氧化钠溶液，以溴甲酚绿-甲基红为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定至终点，根据盐酸标准滴定溶液消耗的量计算钠钙总量，然后用乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液滴定可溶性钙含量，用总含量减去可溶性钙含量确定钠含量。

5.3.2 试剂或材料

5.3.2.1 95%乙醇。

5.3.2.2 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.3 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.4 溴甲酚绿-甲基红指示液。

5.3.2.5 钙羧酸钠盐指示剂。

5.3.2.6 无二氧化碳的水。

5.3.2.7 石棉滤纸。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 容量瓶：材质为聚乙烯。

5.3.3.2 古氏坩埚：容量 30 mL。

5.3.3.3 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.4 试验步骤

5.3.4.1 试验溶液制备

用滤纸仔细揩去试样表面的白油，从中间部位切取约 2.5 g 试样（若中间部位有气泡，不紧密的部位应剔除），用镊子夹住，迅速放入干燥的称量瓶中，用减量法称量，精确至 0.000 2 g。置于盛有 80 mL 95% 乙醇的 200 mL 塑料烧杯中，盖上表面皿。待试样完全反应并使溶液冷却至室温后，用 20 mL~30 mL 无二氧化碳的水冲洗表面皿，洗水并入试验溶液。将溶液全部转移至 1 000 mL (V_2) 容量瓶内，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

5.3.4.2 古氏坩埚的铺制

将古氏坩埚置于抽滤瓶上，在筛板下铺一层石棉滤纸，在筛板上铺两层石棉滤纸，边抽滤边用平头玻璃棒压紧。用 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水洗涤石棉滤纸。将古氏坩埚移入 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中，干燥 1 h。

5.3.4.3 试验

5.3.4.3.1 钠钙总量的测定

用古氏坩埚（见 5.3.4.2）干过滤试验溶液并弃去初滤液。用移液管移取 25 mL (V_1) 滤液，置于 250 mL 锥形瓶内，加入 10 滴溴甲酚绿-甲基红指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿变为暗红色，煮沸 2 min。冷却，继续滴定至溶液再呈暗红色。移取 25 mL 无二氧化碳的水，同时进行空白试验。

5.3.4.3.2 可溶性钙含量的测定

用移液管移取 25 mL (V_3) 滤液，置于 250 mL 锥形瓶内，加入少量钙羧酸钠盐指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至纯蓝色。移取 25 mL 无二氧化碳的水，同时进行空白试验。

5.3.5 试验数据处理

钠含量以钠 (Na) 的质量分数 w_1 计，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1\ 000]c_1M_1}{m(V_1/V_2)} \times 100\% - \frac{[(V' - V'_0)/1\ 000]c_2M_2}{m(V_3/V_2)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的盐酸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的盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c_1 ——盐酸标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

M_1 ——钠 (Na) 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M_1 = 22.99$)；

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

V_1 ——5.3.4.3.1 中移取滤液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_2 ——试验溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

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

c_2 ——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_2 ——钠 (2 Na) 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M_2=45.98$)；

V_3 ——5.3.4.3.2 中移取滤液的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

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%。

5.4 钙含量的测定

5.4.1.1 原理

在 pH 大于 12 的介质中，以钙羧酸钠盐为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液滴定 Ca^{2+} ，过量的乙二胺四乙酸二钠夺取与指示剂络合的 Ca^{2+} ，游离出指示剂，根据颜色变化判断反应的终点。

5.4.1.2 试剂

5.4.1.2.1 95%乙醇。

5.4.1.2.2 盐酸溶液：1+1。

5.4.1.2.3 盐酸溶液：1+4。

5.4.1.2.4 氢氧化钾溶液：400 g/L。

5.4.1.2.5 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.4.1.2.6 钙羧酸钠盐指示剂。

5.4.1.2.7 溴百里香酚蓝指示液：1 g/L。

5.4.1.3 试验步骤

用滤纸仔细揩去试样表面的白油，从中间部位切取约 10 g 试样（若中间有气泡，不紧密的部位应剔除），用镊子夹住，迅速放入干燥的称量瓶内称量，精确至 0.000 2 g。置于盛有 200 mL 95%乙醇的烧杯中，盖上表面皿。待试样完全溶解，冷却至室温后，用水冲洗烧杯壁及表面皿，放置 2 min，观察有无再反应的现象后，加入 75 mL 盐酸溶液（见 5.4.1.2.3）和 75 mL 盐酸溶液（见 5.4.1.2.2），用蓝色石蕊试纸检验溶液的酸性，若试纸没有变红，则每次滴加 5 mL 盐酸溶液（见 5.4.1.2.2），直到试纸变成红色为止。将烧杯盖上表面皿，置于电炉上加热使溶液沸腾，若溶液仍然浑浊，再滴加 5 mL 盐酸溶液（见 5.4.1.2.2），保持溶液微沸 10 min。待溶液冷却至室温后，用水冲洗烧杯壁及表面皿，将溶液冷却后转移至 500 mL (V_2) 容量瓶中，定容，摇匀。用移液管移取 20 mL (V_1) 试验溶液，置于 250 mL 锥形瓶内。加入 5 滴溴百里香酚蓝指示液，加入氢氧化钾溶液使溶液由淡黄变成淡蓝色。再加入 10 mL 氢氧化钾溶液和少量钙羧酸钠盐指示剂，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。同时进行空白试验。

5.4.1.4 试验数据处理

钙含量以钙 (Ca) 的质量分数 w_2 计，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{[(V - V_0)/1\,000]cM}{m(V_1/V_2)} \quad \dots\dots\dots (2)$$

(32)

式中：

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

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

M ——钙（Ca）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=40.08$ ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

V_1 ——移取试验溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_2 ——试验溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）。

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 检验规则

6.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 生产企业用相同材料、基本相同的生产条件、连续生产的每一个储罐的高钙金属钠为一批。每批产品不超过 50 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，从每桶中任意选取一块金属钠，用刀迅速切取（每块切取量不得少于 50 g）。取样总量不少于 300 g。分装于两个预先注入白油的清洁、干燥的瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验；另一瓶保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准的要求，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标准的要求，则整批产品为不合格。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

7 标志、标签

7.1 高钙金属钠包装桶上应有牢固、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、本标准编号、GB 190 规定的“遇湿易燃物品”标志和 GB/T 191—2008 规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的高钙金属钠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、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 高钙金属钠采用双层包装。外包装采用铁桶包装，包装类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的规定。包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的规定。当采用铁路运输时，其包装还应符合《铁路危险货物运输管理暂行规定》的规定。内包装采用双层聚乙烯塑料袋。包装时将袋内空气排净后，扎紧袋口。高钙金属钠产品的包装质量必须符合 GB 12463—2009 规定的 I 类包装性能试验。每件净含量为不大于 150 kg。用户对包装规格有特殊要求时，可供需双方协商，其包装类别应符合

GB 12268—2012 中表 1 的规定，包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的规定。

8.2 高钙金属钠运输时应符合铁路、公路、水路危险货物运输安全监督管理的相关规定及 JT/T 617.1~JT/T 617.7 的要求。必须用密闭的运输工具，严防有水进入包装桶内。运输中注意防水、防热、防撞击，远离易燃物。搬运时要轻装、轻卸，防止包装及容器损坏。装有金属钠的桶禁止横放或倒置。

8.3 高钙金属钠应贮存于通风、阴凉、干燥、防火的库房内，要隔绝热源、火种与氧化剂、酸类。库内地面高于室外地面，不得安装水管、暖气。库温控制在 32℃ 以下，相对湿度在 75% 以下。屋顶门窗不得进水。库内要留有检查搬运通道，并备有必要的消防器材。注意防潮、防热、防雷击，远离易燃物。
