

HG/T 2825—2009

www.docin.com

中华人民共和国
化工行业标准
颗粒白土

HG/T 2825—2009

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张4 字数18千字

2010年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0818

购书咨询:010-64518888

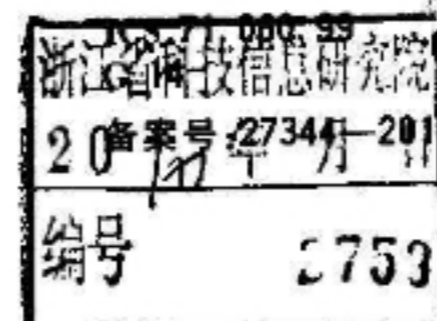
售后服务:010-64518899

网址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00元

版权所有 违者必究



HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2825—2009

代替 HG/T 2825—1997

颗粒白土

Granule bentonite

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2825—1997《颗粒白土》。

本标准与 HG/T 2825—1997 相比主要差异如下：

——本标准修改了产品型号规格，由 I 型和 II 型各扩展了 A、B、C 三个规格（1997 年版的表 1，本版的表 1）；

——增加规格的比表面积调整在原行业标准的 I 型和 II 型之间（1997 年版的表 1，本版的表 1）；

——脱烯烃初活性方法中溴指数测定采用溴指数测定仪测定（1997 年版的 6.9，本版的 5.8）。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会（SAC/TC63/SC1）归口。

本标准负责起草单位：中海油天津化工研究设计院、辽宁义县石油白土有限公司、湖北省鄂州市启迪矿业有限公司、杭州永盛催化剂有限公司。

本标准主要起草人：范国强、王春林、何海军、朱永林。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——HG/T 2825—1997。

颗粒白土

1 范围

本标准规定了颗粒白土的产品型号、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于以膨润土为原料,经化学方法处理而制得的颗粒白土。该产品主要用于石油化工装置中脱除烯烃和羰基化合物,也适用于航空煤油、柴油等各种燃料油的脱色精制。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛

GB/T 6288—1986 粒状分子筛粒度测定方法

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(mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19587—2004 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积(neq ISO 9277 : 1995)

HG/T 2569—2007 活性白土

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 产品型号、外观

本标准主要依据生产工艺及矿源结构的不同将颗粒白土产品分为Ⅰ型和Ⅱ型,在此基础上根据比表面积大小各细分为 A、B 和 C 共 3 个规格。

外观为不定型固体颗粒。

4 要求

颗粒白土应符合表 1 的要求。

表1 颗粒白土要求

项 目		指 标					
		I 型			II 型		
		A	B	C	A	B	C
比表面积/(m ² /g)	≥	300	250	180	160	140	120
游离酸(以 H ₂ SO ₄ 计)w/%	≤	0.2			0.2		
粒 度	大于上限颗粒量 w/%	≤ 5.0			≤ 5.0		
	小于下限颗粒量 w/%	≤ 5.0			≤ 5.0		
水分 w/%	≤	8.0			6.0		
堆积密度/(g/mL)		0.6~0.9			0.6~0.9		
脱烯烃初活性(以溴指数计) (mg Br/100 g 油)	≤	5.0			5.0		
颗粒抗压力/N	≥	1.0			0.5		
脱色率/%	≥	90			90		

5 试验方法

5.1 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,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

5.2 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 规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 比表面积的测定

按 GB/T 19587—2004 的规定进行。

5.4 游离酸的测定

5.4.1 方法提要

用水浸出试样中的游离酸,用酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液:c(NaOH)约 0.1 mol/L。

5.4.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液:c(NaOH)约 0.02 mol/L。

移取 50 mL 已知准确浓度的氢氧化钠标准滴定溶液(5.4.2.1),置于 250 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。

5.4.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

5.4.3 分析步骤

称取约 1 g~2 g 粉碎至粒径小于 75 μm 的颗粒白土试样(精确至 0.000 2 g),置于 150 mL 烧杯中,加 50 mL 水,煮沸 3 min(加热时不断补加水,以防蒸干),过滤于 250 mL 锥形瓶中,用热水洗涤 4 次~5 次(共用水约 50 mL);煮沸 2 min,盖上胶塞,冷却至室温。加 2 滴~3 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色并保持,30 s 不褪色为终点。

同时取 50 mL 水按同样步骤进行空白试验。

5.4.4 结果计算

游离酸含量以硫酸(H₂SO₄)的质量分数 w₁ 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM/1\,000}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中:

V₁——滴定试验溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V₀——滴定空白溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M——硫酸($\frac{1}{2}$ H₂SO₄)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=49.0);

m——试样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.04 %。

5.5 粒度的测定

5.5.1 仪器、设备

5.5.1.1 电动振动机:频率 240 次/分钟,负载 6 kg。

5.5.1.2 试验筛:符合 GB/T 6003.1—1997 中 R40/3 系列要求。

5.5.2 分析步骤

将要求粒径范围的两种试验筛,从下向上按孔径由小到大的顺序装好,称取约 100 g 试样(精确至 0.1 g),置于最上层试验筛,加盖后置于振荡机上振荡 5 min。取下试验筛,分别称量粗孔试验筛中试样的质量和通过细孔试验筛的试样的质量。

5.5.3 结果计算

大于上限颗粒的质量分数以 w₂ 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (2)$$

式中:

m₁——粗孔试验筛中筛余物的质量的数值,单位为(g);

m——试样的质量的数值,单位为(g)。

小于下限颗粒的质量分数以 w₃ 计,数值以%表示,按式(3)计算:

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

式中:

m₂——通过细孔试验筛试样的质量的数值,单位为(g);

m——试样的质量的数值,单位为(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 %。

5.6 水分的测定

5.6.1 仪器、设备

5.6.1.1 称量瓶:φ 40 mm×25 mm。

5.6.1.2 电热恒温干燥箱:温度可控制在 105 °C±5 °C。

5.6.2 分析步骤

在预先于 105 °C±5 °C 下干燥至质量恒定的称量瓶中称取约 1 g~2 g 试样,精确到 0.000 2 g,置于电热恒温干燥箱,在 105 °C±5 °C 下干燥至质量恒定。

5.6.3 计算结果

水分的质量分数以 w₁ 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (4)$$

式中:

m_1 ——干燥前称量瓶和试样的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后称量瓶和试样的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,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值不大于0.3%。

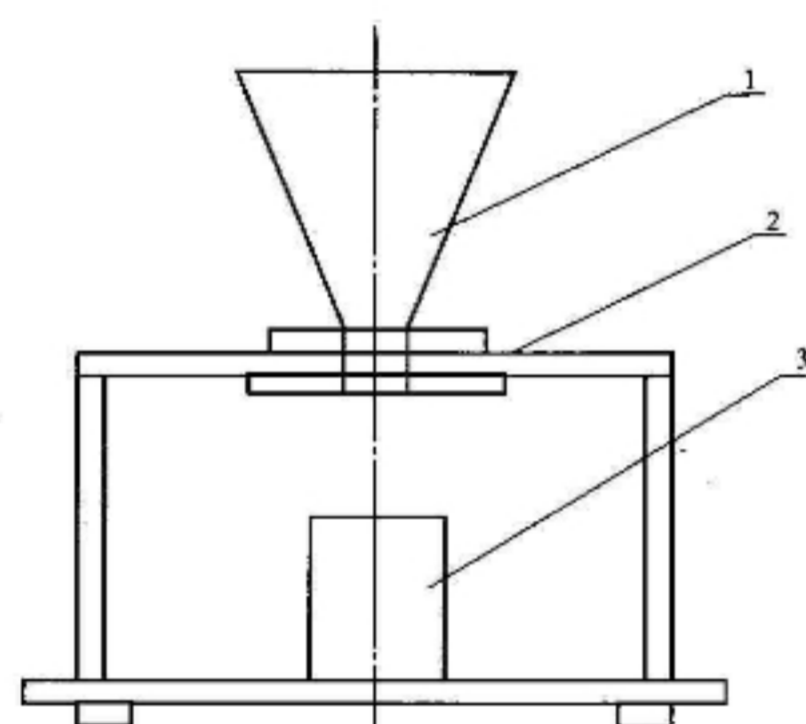
5.7 堆积密度的测定

5.7.1 方法提要

一定量的试样通过圆锥形漏斗,进入一已知容积的圆柱形料罐中,测定装满料罐所需试样的质量。

5.7.2 仪器、设备

堆积密度的测定装置如图1所示。



- 1——漏斗;
2——支架;
3——料罐(500 mL)。

图1 堆积密度测定装置图

5.7.3 分析步骤

在1 min内使试样经漏斗自由落入已知质量和容积的料罐中,试样的锥体应高出量筒壁,用直尺刮去高出部分(刮平前勿移动料罐)。称量试样和料罐的质量,精确至0.1 g。料罐容积应定期校准。

5.7.4 结果计算

堆积密度以单位体积的质量 ρ 计,数值以g/mL表示,按式(5)计算:

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{V} \quad (5)$$

式中:

m_1 ——试样和料罐的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——料罐的质量的数值,单位为克(g);

V ——料罐的容积的数值,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

5.8 脱烯烃初活性(以溴指数计)的测定

5.8.1 方法提要

将试样装入柱式反应器中,在规定的温度、压力、空速条件下,连续通入标准油(溴指数为100 mg Br/100 g油),流出液在溴指数测定仪上测定其结果。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 冰醋酸。

5.8.2.2 苯。

5.8.2.3 溴化锂。

5.8.2.4 无水乙醇。

5.8.2.5 苯乙烯。

5.8.2.6 二甲苯。

5.8.2.7 溴化锂(LiBr)50%溶液:100 g溴化锂溶于100 mL蒸馏水或去离子水。

5.8.2.8 溴指数电解液:在细口瓶中加入68 mL溴化锂50%溶液、600 mL乙醇、200 mL苯和132 mL冰醋酸,摇动使其混合均匀,备用。

5.8.2.9 标准油:溴指数为100 mg Br/100 g油。

称取5 000 g二甲苯(先测定其溴指数为 X_c),加入苯乙烯摇匀。加入苯乙烯量 m 按式(6)计算:

$$m = 0.65 \times (100 - X_c) \times 5\,000 \times 10^{-5} / w \quad (6)$$

式中:

X_c ——试剂二甲苯的溴指数,单位为mg Br/100 g油;

w ——苯乙烯试剂的纯度;

0.65——苯乙烯与溴相对分子质量的比值。

5.8.3 仪器、设备

5.8.3.1 微量高压平流泵:流量范围(0.04~9.00) mL/min,最高排压5 MPa,脉动率 $\pm 1\%$,复现性精变 $\pm 1\%$;

5.8.3.2 针型阀;

5.8.3.3 压力表;

5.8.3.4 不锈钢U形反应器:内径10 mm,高度为250 mm;

5.8.3.5 恒温油浴;

5.8.3.6 溴指数测定仪。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 脱烯烃反应

将微量高压平流泵、针型阀、压力表、不锈钢U形反应器和恒温油浴按图2安装好。取20 mL试样,装入U形反应器中,使其装填紧密后,两端上层装满粒径为(850~425) μm 的石英砂,旋紧反应器螺帽密封后,将油浴加热升温至(165 \pm 2) $^{\circ}\text{C}$,打开微量高压平流泵,打入标准油,使其流速为20 mL/h,连续稳定流出4 h后,收集30 g流出的油(试验溶液A),测定脱烯烃初活性。

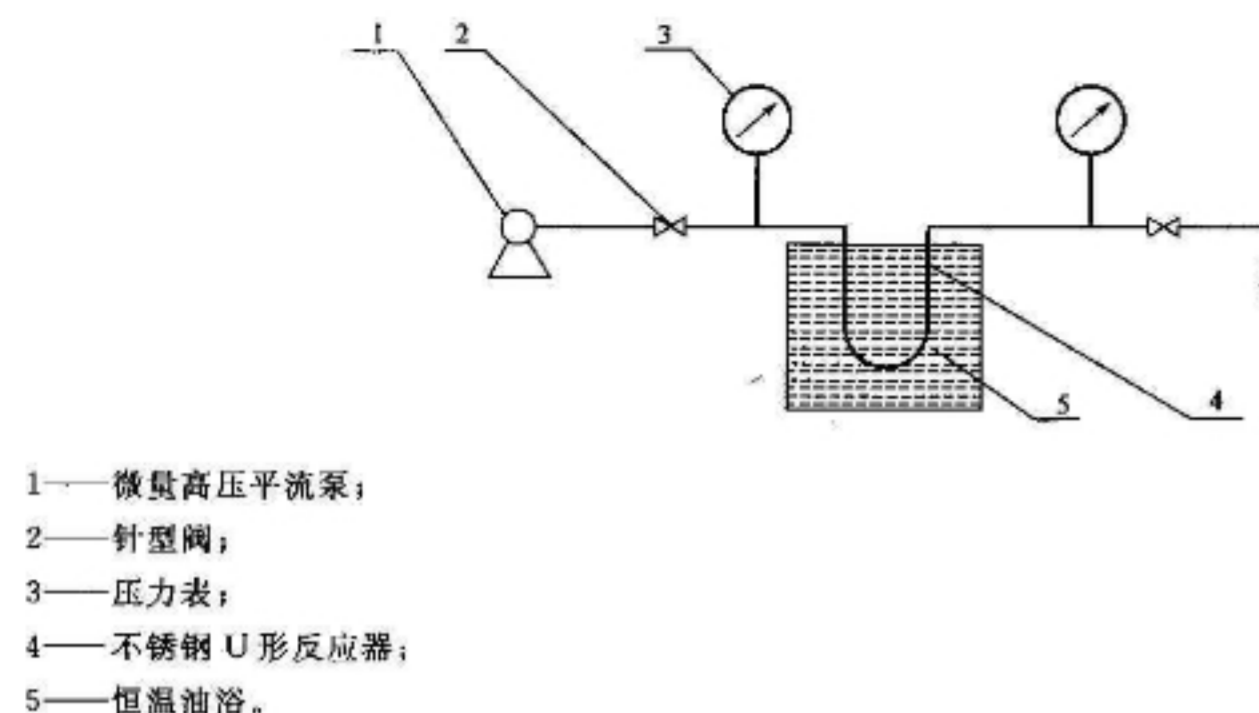


图2 脱烯烃反应装置

5.8.4.2 脱烯烃初活性的测定

将滴定池置于搅拌器固定位上，各电极连线按标记符号规定接到相应位置。分别向洗净的滴定池阳极室注入80 mL、阴极室注入5 mL电解液。启动仪器电源开关，调整搅拌速度至滴定液起旋涡而不产生气泡为宜。待仪器平衡后，注入(1~2) mL试验溶液A，待仪器平衡后读数。

5.8.5 结果计算

溴指数以X计，数值以mg Br/100 g油表示，按式(7)计算：

$$X = \frac{m_c}{V\rho} \times 100 \quad (7)$$

式中：

m_c ——仪器微库仑计测得的所注入试样中的溴值，单位为毫克溴(mg Br)；

V ——分析试油的体积的数值，单位为毫升(mL)；

ρ ——分析试油的密度的数值，单位为克每毫升(g/mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

5.9 颗粒抗压力的测定

5.9.1 方法提要

选取规定粒度的50粒样品，测定每一颗粒的抗压强度，以算术平均值为测定结果。

5.9.2 仪器、设备

5.9.2.1 颗粒强度测定仪：量程(0~10) N，精度0.05 N；

5.9.2.2 电热恒温干燥箱：精度2℃。

5.9.3 分析步骤

取10 mL试样经(560~630) μm试验筛过筛，置于105℃~110℃电热恒温干燥箱内，干燥2 h后，移至干燥器内冷却至室温，用四分法取50粒试样，逐粒置于颗粒强度测定仪进行测量。开启仪器，随压头压力升高，记录数据同时升高，直至颗粒整体崩解，记录最高点对应的抗压力。连续测定50粒。

5.9.4 结果计算

颗粒抗压力 p ，数值以N表示，按式(8)计算：

$$p = \frac{\sum_{i=1}^{50} S_i}{50} \quad (8)$$

式中：

S_i ——单次测定的颗粒抗压力，单位为牛顿(N)；

50——总测定次数。

5.10 脱色率的测定

5.10.1 方法提要

一定体积的已知吸光度的沥青灯油溶液，加入一定量的试样进行脱色，测定脱色后沥青灯油溶液的吸光度。根据吸光度的减少值计算以百分数表示的脱色率。

5.10.2 试剂和材料

5.10.2.1 灯用煤油；

5.10.2.2 建筑石油沥青；

5.10.2.3 活性白土。

5.10.3 仪器和设备

5.10.3.1 分光光度计：配有1 cm吸收池。

5.10.3.2 电动振荡机：频率240次/分钟。

5.10.4 无色灯用煤油的制备

称取200 g预先在105℃~110℃干燥过的活性白土，置于1000 mL灯用煤油中，激烈搅拌10 min，用中速定性滤纸过滤于清洁干燥的容器中。用分光光度计，于波长590 nm处，以水作参比，测量吸光度。其吸光度应为零。

5.10.5 沥青灯用煤油溶液的制备

将建筑石油沥青的外表面用小刀剥去，切成丝状，称取0.8 g(精确至0.01 g)，置于250 mL烧杯中，加入少量无色灯油，在70℃~80℃水浴上不断搅拌至全部溶解，用无色灯油稀释至1000 mL，混匀，放置1 h。用中速滤纸过滤全部溶液。用分光光度计，于590 nm波长处，以无色灯油作参比，测量吸光度，若吸光度大于1.05，用无色灯油稀释，摇匀全部溶液，直至使其吸光度为1.00~1.05为止。

5.10.6 测定

称取研磨至通过0.075 mm筛的试样(1.50 g±0.01 g)，其余按HG/T 2569—1994中5.1条规定进行。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

6.1.1 型式检验

要求中规定的所有指标项目为型式检验项目，在正常生产情况下，每6个月至少进行一次型式检验。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。

6.1.2 出厂检验

要求中规定的比表面积、游离酸、粒度、水分、堆积密度、颗粒抗压力和脱色率为常规试验项目，应逐批试验。

6.2 生产企业用相同材料、基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一型号的颗粒白土为一批，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。每一包装单元采样时，用取样器分别从包装的上、中、下

三部各取等量样品,每一包装单元不少于100 g,将所取样品充分混合,用四分法进行缩分。共取出不少于1 000 g的样品,将所取样品混匀后,立即分装于两个清洁干燥的样品包装中,密封,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。一份用于检验,另一份保存三个月备查。生产厂可在包装线上自动取样或包装封口前采样。

6.4 生产厂应保证每批出厂的颗粒白土产品都符合本标准的要求。

6.5 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袋中采样进行复验,复验结果有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

6.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

7 标志和标签

7.1 颗粒白土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、净重、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的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、型号、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、运输和贮存

8.1 颗粒白土采用双层包装,内层采用聚乙烯塑料薄膜袋,外层为聚丙烯编织袋。每袋包装净含量为20 kg、25 kg、50 kg。

8.2 包装时将颗粒白土装入袋内,将袋内余气排出,内袋用尼龙绳扎口,外袋采用缝口。

8.3 颗粒白土在运输过程中应避免雨淋、受潮、曝晒和包装破损。不得与酸碱类物质混运。

8.4 颗粒白土应置于通风干燥、无腐蚀的库房内。