

ICS 71.060.99

G 14

备案号:20506—2007

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2569—2007

代替 HG/T 2569—1994

活性白土

Activated bentonite

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2569—1994《活性白土》。

本标准与 HG/T 2569—1994 的主要技术差异如下：

- 类别中取消了Ⅲ类食用动植物油用(1994 版 3, 本版 3)；
- 要求中取消了Ⅲ类食用动植物油用指标及重金属(以 pb 计)、砷(As)的指标(1994 版 4, 本版 3)；
- Ⅰ类活性白土的过滤速度, 由原来的 4.0 提高到 5.0(1994 年版 4, 本版 4)。

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。

本标准主要起草单位：天津化工研究设计院、杭州仇山漂土有限公司、义县石油白土有限公司。

本标准主要起草人：王春林、武莉莉、於慧明。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- HG/T 2569—1994。

活性白土

1 范围

本标准规定了活性白土的分类、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制得的活性白土。该产品主要用于石油加工产品(润滑油、石蜡、凡士林)和工业用动植物油脱色精制。在化学工业上用作吸附剂和催化剂载体。

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)或修订版本均不适用于本标准,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—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780:1997)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛(eqv ISO 3310-1:1990)

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8946 塑料编织袋

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试剂及制品的制备

3 活性白土的分类、型号和代号

活性白土的分类、型号和代号见表1。

表1 活性白土的分类、型号和代号

类别	I类		II类
型号和代号	H型 高活性度的活性白土	T型 高脱色率的活性白土	—
主要用途	石油加工产品(润滑油、石蜡、凡士林)的脱色精制		工业动植物油脱色精制

4 要求

4.1 外观:粉末状固体,无机械杂质。

4.2 活性白土应符合表2要求。

表 2 要求

项 目		指 标					
		I 类				II 类	
		H 型		T 型			
		一等品	合格品	一等品	合格品	一等品	合格品
脱色率/%	≥	70	60	85	75	90	80
活性度/(H ⁺ mmol/kg)	≥	220	200	140		100	
游离酸(以 H ₂ SO ₄ 计)质量分数/%	≤	0.20				0.50	
水分/%	≤	8.0		10.0		12.0	
粒度(通过 75 μm 筛网)/%	≥	90				95	
过滤速度/(mL/min)	≥	5.0	—	5.0	—	4.0	—
振实密度/(g/mL)		0.7~1.1					

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腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

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—1992 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观判别

在自然光下,用目视法判定外观。

5.4 脱色率的测定

5.4.1 方法提要

取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。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 灯用煤油。

5.4.2.2 建筑石油沥青。

5.4.3 仪器、设备

5.4.3.1 分光光度计:配有 1 cm 吸收池。

5.4.3.2 电动振荡机:频率 240 次/min。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 无色灯油的制备

称取约 200 g 预先在 105℃~110℃干燥至 2 h 的活性白土,置于 1 000 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。

5.4.4.2 沥青灯油溶液的制备

将建筑石油沥青的外表面用小刀剥去,切成丝状,称取 0.74 g~0.75 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。用分光光度计,于波长590 nm处,以无色灯油作参比,测量吸光度。其吸光度应为1.00~1.05。

5.4.4.3 测定

称取(1.50±0.01) g试样,置于清洁干燥带磨口塞的250 mL锥形瓶中。用移液管加入50 mL沥青灯油溶液,轻轻振荡几下,置于电动振荡机上振荡60 min(精确至1 min)。用中速定性滤纸过滤全部溶液,将滤液摇匀。用分光光度计,于波长590 nm处,以无色灯油作参比,测量吸光度。

5.4.5 结果计算

脱色率 w_1 ,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A_0 - A_1}{A_0} \times 100 \quad (1)$$

式中:

A_0 ——脱色前沥青灯油溶液的吸光度的数值;

A_1 ——脱色后沥青灯油溶液的吸光度的数值。

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%。

5.5 活性度的测定

5.5.1 方法提要

用乙酸钠溶液置换试样中的氢离子。以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约0.1 mol/L。

5.5.2.2 乙酸钠溶液: $c(\text{CH}_3\text{COONa})=0.1$ mol/L。

称取13.60 g三水合乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)或8.20 g无水乙酸钠,精确至0.01 g,溶于1000 mL水中。

5.5.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

5.5.3 仪器、设备

电动振荡机:频率240次/min。

5.5.4 分析步骤

称取(20.00±0.01) g试样,置于250 mL清洁干燥带磨口塞的锥形瓶中。用移液管加入100 mL乙酸钠溶液,盖好瓶塞,激烈摇动几下,迅速置于电动振荡机上,振荡15 min。干过滤,弃去最初部分滤液。用移液管移取50 mL滤液置于另一250 mL锥形瓶中,加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,以水代替乙酸钠溶液按上述步骤操作进行空白试验。

注:进行本操作时,试样温度及环境温度应为20℃~25℃。

5.5.5 结果计算

以1000 g试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=1.000$ mol/L]的体积(mL)表示的活性度 w_2 ,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_2)c}{20 \times 50 / 100} \times 1000 \quad (2)$$

式中:

V_1 ——乙酸钠置换液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为(mL);

V_2 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积数值,单位为(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L)。

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%。

5.6 游离酸的测定

5.6.1 方法提要

用水浸取出试样中的游离酸。以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 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[$c(\text{NaOH}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$],置于250 mL容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。

5.6.2.2 酚酞指示液:10 g/L。

5.6.3 分析步骤

称取1 g~2 g试样,精确至0.000 2 g,置于150 mL烧杯中。加50 mL水煮沸3 min,过滤于250 mL锥形瓶中,用热水洗涤4~5次(共用水约50 mL)。煮沸2 min,盖上带有碱石棉干燥管的胶塞,冷却至室温。加2~3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100 mL水按同样步骤进行空白试验。

5.6.4 结果计算

游离酸含量以硫酸(H_2SO_4)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V_1 - V_0)cM}{m \times 10^3} \times 100 \quad \text{..... (3)}$$

式中:

V_1 ——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);

V_0 ——空白试验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的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——硫酸($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=49.00$)。

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0.04%。

5.7 水分的测定

5.7.1 仪器、设备

称量瓶: $\phi 40 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$ 。

5.7.2 分析步骤

用已于105℃~110℃干燥至质量恒定的称量瓶称取1 g~2 g试样,精确至0.000 2 g。于105℃~110℃干燥至质量恒定。

5.7.3 结果计算

水分以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(4)计算:

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

式中:

m_1 ——干燥前称量瓶和试料的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后称量瓶和试料的质量的数值,单位为克(g);

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0.5%。

5.8 粒度的测定

5.8.1 仪器、设备

试验筛:R40/3系列, $\phi 200 \times 50-0.075/0.05$,GB/T 6003.1—1997。

5.8.2 分析步骤

称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g,置于试验筛中。不断振荡、敲打,并用 6 号板刷轻轻刷扫,直至 1min 内筛下的试样不超过 0.1 g 为止。称量筛余物的质量。

5.8.3 结果计算

粒度以质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad (5)$$

式中:

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——筛余物的质量的数值,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 2 %。

5.9 过滤速度的测定

5.9.1 方法提要

取定量试样用水浸湿、分散。在规定直径的布氏漏斗中,在一定压差下制成滤饼。保持水面高于滤饼面并维持一定压差进行抽滤,记录一定时间内过滤的水的体积。

5.9.2 仪器、设备

5.9.2.1 布氏漏斗:内径 80 mm。

5.9.2.2 真空泵:配有 U 形管水银真空压力计。

5.9.3 分析步骤

称取 (30.0 ± 0.1) g 试样,置于 250 mL 烧杯中,加约 100 mL 水,充分搅拌使其分散。全部转移至铺有两层快速定性滤纸的布氏漏斗中。启动真空泵,维持 U 形管水银真空压力计两端液面之差为 150 mm。抽滤,抽干(滤饼不得有裂缝),将抽滤瓶中的水倒掉,重新接好真空系统。

在布氏漏斗中加入水,启动真空泵,维持 U 形管水银真空压力计两端液面之差为 150 mm,抽滤,抽滤过程中水面应始终高于滤饼面。当第一滴水从布氏漏斗滴下时开始按秒表计时,至 30min 时停止抽滤。用量筒测量抽滤瓶中水的体积。

5.9.4 结果计算

过滤速度以 w_6 计,以 mL/min 表示,按公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{V}{30} \quad (6)$$

式中:

V ——抽滤瓶中水的体积的数值,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 0.5 mL/min。

6 振实密度的测定

6.1 仪器、设备

量筒:容量 100 mL,内径约 25 mm。

6.2 分析步骤

称取 (50.0 ± 0.1) g 试样,分四次加入到清洁、干燥的 100 mL 量筒中,每次加入后均在铺有胶皮的试验台上振动至体积不变,振动方法:将量筒提起约 10 cm,然后使其自然落在试验台上,每次提起的同时需旋转量筒。

6.3 结果计算

振实密度以 w_7 计,以 g/mL 表示,按公式(7)计算:

$$\rho = \frac{50}{V} \quad (7)$$

式中:

V ——振动后试样的体积的数值,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 0.05 g/mL。

7 检验规则

- 7.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。
- 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级别的活性白土为一批,每批产品不超过 60 t。
- 7.3 按 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中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。每袋所取试样不少于 50 g;散装产品按照 GB/T 6679 的规定采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至约 1 000 g,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、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。
- 7.4 活性白土应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。
- 7.5 使用单位有权按照本标准的规定,对所收到的活性白土产品进行验收。验收应在货到之日算起的 30 天内进行。
- 7.6 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,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要求时,则整批产品为不合格。
- 7.7 采用 GB/T 1250 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 活性白土包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、类别、型号、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB/T 191—2000 中规定的“怕晒”和“怕雨”标志。
- 8.2 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、商标、类别、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 活性白土采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋;外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 c 型中的规定。每袋净含量 25 kg、40 kg、50 kg。
- 9.2 用户需要时,活性白土可根据用户要求包装或散装。
- 9.3 活性白土在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。
- 9.4 活性白土应贮存于通风干燥的库房内,并需下垫垫层,防止受潮。
- 9.5 在符合本标准贮存运输条件下,从出厂日期起,活性白土产品保质期为一年,逾期应重新检验是否符合本标准要求。