|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 71.060.99 |
| CCS | G 14 |

|  |
| --- |
| HG |

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2825—XXXX

代替HG/T 2825-2009

颗粒白土

Granule bentonite

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

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替HG/T 2825—2009《颗粒白土》。与HG/T 2825—2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 更改了范围（见1，2009年版的第1章）；
2. 更改了比表面积的Ⅰ型*c*和Ⅱ型的指标要求（见5.2，2009年版的第4章）；
3. 更改了游离酸的指标设置和指标要求（见5.2，2009年版的第4章）；
4. 增加了粒度的指标说明（见5.2）；
5. 更改了水分的指标要求（见5.2，2009年版的第4章）；
6. 更改了堆积密度的指标名称和指标要求（见5.2，2009年版的第4章）；
7. 更改了脱色率的指标要求（见5.2，2009年版的第4章）。

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：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况未：

——1997年首次发布为HG/T 2825-1997，2009年第一次修订；

——本次为第二次修订。

颗粒白土

* 1. 范围

本文件规定了颗粒白土的分型、要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输和贮存。

本文件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。

注：该产品主要用于石油化工装置中脱除烯烃和羰基化合物及碱性氮化物，也适用于航空煤油、柴油等各种燃料油的脱色精制。

* 1. 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 6003.1-2022 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

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 19587 气体吸附BET法测定固态物质比表面积

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 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 分型

本文件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。

* 1. 要求
     1. 外观：不定型固体颗粒。
     2. 颗粒白土按本文件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 | | |
| A | B | C | A | B | C |
| 比表面积（m2/g） | | | ≥ | 300 | 250 | 200 | 180 | 160 | 140 |
| 游离酸（以H2SO4计）*w*/% | 用于脱烯烃、脱色等 | | ≤ | 0.2 | | | | | |
| 用于脱碱性氮 | 航煤产品 | ≤ | 0.2 | | | | | |
| 其他产品 |  | 0.2~0.8 | | | | | |
| 粒度 | 大于上限a颗粒量*w*/% | | ≤ | 5.0 | | | | | |
| 小于下限a颗粒量*w*/% | | ≤ | 5.0 | | | | | |
| 水分*w*/% | | | ≤ | 7.0 | | | 5.0 | | |
| 松散堆积密度/(g/mL) | | |  | 0.6~0.8 | | | | | |
| 脱烯烃初活性(以溴指数计)/(mgBr/100g油) | | | ≤ | 5.0 | | | | | |
| 颗粒抗压力/N | | | ≥ | 1.0 | | | 0.5 | | |
| 脱色率/% | | | ≥ | 92 | | | | | |
| a 客户商议确定 | | | | | | | | | |

* 1. 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时应小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。使用易燃品时，严禁使用明火加热。

* + 1. 一般规定

本文件所用试剂和水，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，在没有注明其它要求时均按HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3之规定制备。

* + 1. 比表面积的测定

按GB/T 19587的规定进行。

* + 1. 游离酸的测定

原理

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。

试剂或材料

6.3.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液：*c*(NaOH)≈0.1 mol/L。

6.3.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液：*c*(NaOH)≈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（6.3.2.1），置于250 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

6.3.2.3 酚酞指示液：10 g/L。

试验步骤

称取约1 g~2 g粉碎至粒径小于75µm的试样（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。

同时进行空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他操作和加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

试验数据处理

游离酸含量以硫酸（H2SO4）的质量分数*w*1计，按公式（1）计算：

 ……………………… (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）；

*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（1/2H2SO4）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（M=49.04）；

*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0.04%。

* + 1. 粒度的测定

仪器设备

6.4.1.1 电动振动机：频率240 次/min，负载6 kg。

6.4.1.2 试验筛：符合GB/T 6003.1—2022中R40/3系列要求。

试验步骤

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，加盖后置于电动振动机上振荡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。

试验数据处理

大于上限颗粒的质量分数以*w*2计，按公式（2）计算：

…………………………… (2)

式中：

*m*1——粗孔试验筛中筛余物的质量的数值，单位为克（g）；

*m*——试料的质量的数值，单位为克（g）。

小于下限颗粒的质量分数以*w*3计，按公式（3）计算：

…………………………… (3)

式中：

*m*2——通过细孔试验筛试样的质量的数值，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0.2 %。

* + 1. 水分的测定

仪器设备

6.5.1.1 称量瓶：规格40 mm×25 mm。

6.5.1.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在105 ℃±5 ℃。

试验步骤

在预先于105 ℃±5 ℃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 2g，置于电热恒温干燥箱，在105 ℃±5 ℃下干燥至质量恒定。

试验数据处理

水份的质量分数以*w*4计，按公式（4）计算：

…………………………………（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值不大于0.3 %。

* + 1. 松散堆积密度的测定

原理

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

仪器设备

松散堆积密度测定装置如图1所示。

1

2

3

标引序号说明：

1——漏斗；

2——支架；

3——500 mL料罐。

图1 松散堆积密度测定装置图

试验步骤

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。

试验数据处理

松散堆积密度以单位体积的质量*ρ*计，数值以g/mL表示，按公式（5）计算：

………………………………………………… (5)

式中：

*m*1 ——试料和料罐的质量的数值，单位为（g）；

*m*2 ——料罐的质量的数值，单位为（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，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

* + 1. 脱烯烃初活性（以溴指数计）的测定

原理

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 mgBr/100g油﹞，流出液在溴指数测定仪上测定其结果。

试剂或材料

* + - * 1. 冰醋酸。
        2. 苯。
        3. 溴化锂。
        4. 无水乙醇。
        5. 苯乙烯。
        6. 二甲苯。
        7. 溴化锂﹝LiBr﹞50 %溶液。

100 g溴化锂溶于100 mL水。

* + - * 1. 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。

* + - * 1. 标准油：溴指数为100 mgBr/100g油。

称取5000 g二甲苯（先测定其溴指数为Xc），加入苯乙烯摇匀。加入苯乙烯量*m*按公式（6）计算：

…………………………… (6)

式中：

*X*c——试剂二甲苯的溴指数，单位为毫克溴每百克油（mgBr/100g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。

* + - * 1. 石英砂。

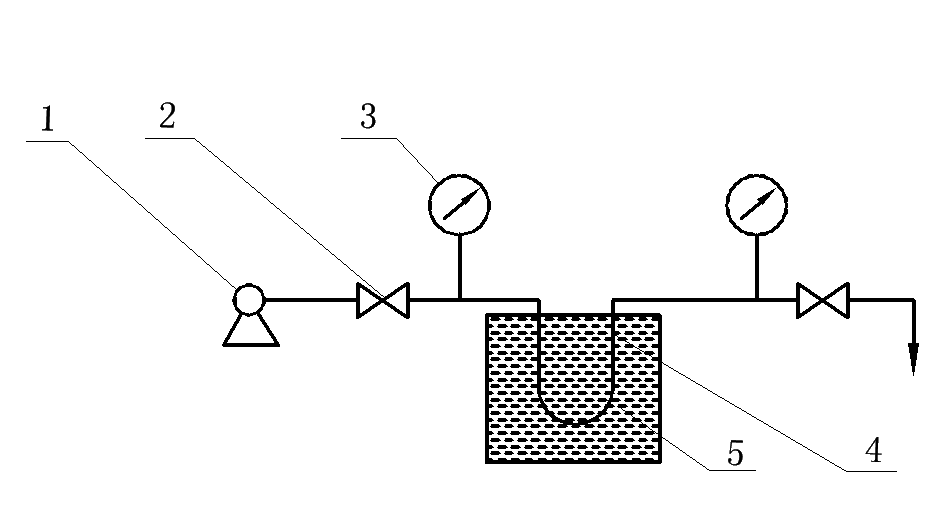
仪器设备

* + - * 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±1%，复现性精变±1%。
        2. 针型阀。
        3. 压力表。
        4. 不锈钢U型反应器：内径10 mm、高度为250 mm。
        5. 恒温油浴。
        6. 溴指数测定仪。

试验步骤

6.7.4.1 脱烯烃反应

将微量高压平流泵、针型阀、压力表、不锈钢U型反应器和恒温油浴按图2安装好。取20 mL试样，装入U型反应器中，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±2）℃，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。



标引序号说明：

1——微量高压平流泵；

2——针型阀；

3——压力表；

4——不锈钢U型反应器；

5——恒温油浴。

图2 脱烯烃反应装置

6.7.4.2 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 mL～2 mL试验溶液A，待仪器平衡后读数。

试验数据处理

溴指数以*X*计，数值以mgBr/100g油表示，按公式(7)计算：

 ×100 …………………………… (7)

式中：

*m*c——仪器微库仑计测得的所注入试料中的溴值，单位为毫克溴（mgBr）；

*V* ——分析试油的体积的数值，单位为毫升（mL）；

——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，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

* + 1. 颗粒抗压力的测定

原理

选取规定粒度的50粒样品，测定每一颗粒抗压强度，以算术平均值为测定结果。

仪器设备

* + - * 1. 颗粒强度测定仪：量程（0~10）N，精度0.05 N。
        2. 电热恒温干燥箱：精度2 ℃。
        3. 试验筛：*φ*200 mm×50 mm—0.56/0.355、*φ*200 mm×50 mm—0.63/0.4 符合GB/T 6003.1—2022的规定。

试验步骤

取10 mL试样经560 µm~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。

试验数据处理

颗粒抗压力以*p*计，数值以N表示，按公式（8）计算：

………………………………………… (8)

式中：

*Si*——单次测定的颗粒抗压力，单位牛顿（N）；

50——总测定次数。

* + 1. 脱色率的测定
       1. 原理

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。

* + - 1. 试剂或材料
         1. 灯用煤油。
         2. 建筑石油沥青。
         3. 活性白土。
      2. 仪器设备
         1. 分光光度计：配有1 cm吸收池。
         2. 电动振动机：频率240次/min。
      3. 试验步骤
         1. 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，以水为参比，测定吸光度，其吸光度应为零。

* + - * 1. 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。

* + - * 1. 测定

称取研磨至通过0.075 mm筛的试样1.50 g±0.01 g，然后按HG/T 2569-2007中5.4.4.3条的规定进行操作。

* 1. 检验规则
     1. 本文件采用型式检验和出厂检验。
        1. 型式检验

本文件第6章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：

* + - * 1. 更新关键生产工艺；
        2. 主要原料有变化；
        3. 停产又恢复生产；
        4. 与上次型式检验有较大差异；
        5. 合同规定。
      1. 出厂检验

本文件第6章中规定的比表面积、游离酸、粒度、水分、松散堆积密度、颗粒抗压力和脱色率为出厂检验项目，应逐批试验。

* + 1. 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同一规格的颗粒白土为一批，每批产品不超过50 t。
    2. 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1000 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。
    3. 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。
    4. 检验结果如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件要求时，则整批产品为不合格。
  1. 标志和随行文件
     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、本文件编号及GB/T 191—2008中规定的“怕雨”标志。
     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、规格、型号、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。
  2. 包装、运输和贮存

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、25 kg，也可根据用户要求进行包装。增加集装袋包装形式

* + 1. 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。
    2. 颗粒白土应置于通风干燥、无腐蚀的库房内，防止雨淋、受潮。