

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4364—2020

代替 HG/T 4364—2012

碳分子筛

Carbon molecular sieve

2020-12-09 发布

2021-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 技术要求	1
5 试验方法	2
5.1 警示	2
5.2 外观	2
5.3 磨耗率	2
5.4 堆积密度	3
5.5 粒度	3
5.6 抗压碎力	4
5.7 包装品含水量	4
5.8 落粉度	4
5.9 产氮率及氮气回收率	5
6 检验规则	8
7 包装、标识、贮存和运输	9

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 4364—2012《碳分子筛》。与 HG/T 4364—2012 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了产品的条径分类，增加了碳分子筛磨耗率和落粉度的技术要求，提高了产品的部分主要技术要求（见第 4 章，2012 年版的第 4 章）；
- 增加了碳分子筛磨耗率和落粉度的试验方法，修改了碳分子筛粒度、产氮率和氮气回收率的试验方法（见第 5 章，2012 年版的第 5 章）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会分子筛分技术委员会（SAC/TC105/SC6）归口。

本标准起草单位：上海化工研究院有限公司、湖州强大分子筛科技有限公司、湖州南浔展辉分子筛厂、西梅卡亚洲气体系统成都有限公司、上海绿强新材料有限公司。

本标准主要起草人：吴俊晟、张佳、王鹏飞、朱琳、朱怡、钱林月、沈强、商照聪、张军、顾飞龙。

本标准于 2012 年 12 月首次发布，本次为第一次修订。

碳分子筛

1 范围

本标准规定了碳分子筛的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、包装、标识、贮存和运输。

本标准适用于空气分离制氮用碳分子筛条形产品。

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 包装储运图示标志

GB/T 1914—2007 化学分析滤纸

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则

GB/T 7702.1 煤质颗粒活性炭试验方法 水分的测定

GB/T 7702.4 煤质颗粒活性炭试验方法 装填密度的测定

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 2783 分子筛抗压碎力试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

碳分子筛 carbon molecular sieve

以煤或有机化合物为原料加工制成的孔径为分子级的多孔含碳物质，其分子式为 C，有效孔径为 $3\text{ Å} \sim 4\text{ Å}$ 。

注： $1\text{ Å} = 0.1\text{ nm}$ 。

3.2

产氮率 nitrogen production rate

在规定条件下通过单位质量碳分子筛在单位时间内获得的氮气产量。

3.3

氮气回收率 nitrogen recovery rate

在规定条件下单位时间内所获得的产品氮气中总的含氮量占原料空气中总的含氮量的百分比。

4 技术要求

碳分子筛应符合表 1 的要求，同时应符合标明值。

表 1 碳分子筛技术要求

项 目	粒径 $d=0.8\text{ mm}\sim 1.2\text{ mm}$	粒径 $d=1.2\text{ mm}\sim 1.8\text{ mm}$
外观	灰黑色条形颗粒，无机械杂质	
磨耗率/%	\leq	0.50
堆积密度/(g/L)	620~690	
粒度 [(标称条径 ± 0.1) mm]/%	\geq	98.0
抗压碎力/(N/颗)	\geq	25.0
包装品含水量 ^a /%	\leq	0.80
落粉度/(mg/g)	\leq	0.40
产氮率 ^b /[m ³ /(t·h)]	\geq	280
氮气回收率 ^b /%	\geq	45
^a 包装品含水量以出厂检验为准。 ^b 标明值要求在 5.9.3 测试条件下测试所得。		

5 试验方法

5.1 警示

使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

5.2 外观

目视法测定。

5.3 磨耗率

5.3.1 原理

将一定量经干燥后的试料在磨样筒内按规定的条件运转，使试料在筒内摩擦碰撞，测定粉化百分率，表示其磨耗率。

5.3.2 仪器和设备

5.3.2.1 颗粒磨耗测定仪（以下简称磨耗仪）：磨样筒尺寸（内径 \times 长度）36 mm \times 300 mm，磨样筒材质应为不锈钢，磨样筒内部粗糙度 Ra 3.2。

5.3.2.2 瓷坩埚（连盖）：容量 150 mL。

5.3.2.3 试验筛：筛孔 0.60 mm。

5.3.2.4 电热恒温干燥箱：最高温度 250℃，能控制在设定温度 ± 5 ℃内。

5.3.2.5 真空干燥器：内径 150 mm。

5.3.2.6 真空泵：抽气速率不小于 0.5 L/s。

5.3.2.7 真空表： $1.01 \times 10^3 \text{ Pa} \sim 0 \text{ Pa}$ ，1.5级。

5.3.2.8 天平：感量 0.001 g。

5.3.3 测定

5.3.3.1 平行做两份试验。

5.3.3.2 取样约 100 g，用四分法将试料缩分至两份，每份等于磨耗试验用量 $(25 \pm 2) \text{ g}$ 。

5.3.3.3 称量两只已在 $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ 烘干至恒重的瓷坩埚（连盖）质量 m_1 （精确至 0.001 g）。将两份试料分别倒入孔径为 0.60 mm 的试验筛，除去磨前碎粉，转移至两只已知质量的瓷坩埚中。

5.3.3.4 将瓷坩埚和坩埚盖（不盖在坩埚上）放入电热恒温箱中，在 $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下干燥 2 h。取出瓷坩埚，放入真空干燥器内，立即盖上坩埚盖和真空干燥器。开启真空泵，在真空表显示小于 $1.01 \times 10^3 \text{ Pa}$ 的条件下关闭真空泵，冷却至室温。缓慢旋转真空干燥器盖上的活塞，使大气慢慢通入干燥器内。打开真空干燥器，取出瓷坩埚（连盖），立即称量 m_2 （精确至 0.001 g）。

5.3.3.5 将试料立即分别装入两只磨样筒内，拧紧筒盖，再将磨样筒对称装在磨耗仪上，开动磨耗仪，以 $(25 \pm 1) \text{ r/min}$ 的转速转动 1 000 r。

5.3.3.6 取下磨样筒，将试料用 0.60 mm 的试验筛过筛后，倒回原坩埚中。按 5.3.3.4 同样方法干燥、冷却磨后的试料。

5.3.3.7 称量瓷坩埚（连盖）和磨后过筛的筛上物干燥后试料的质量 m_3 （精确至 0.001 g）。

5.3.4 分析结果的表述

磨耗率的质量分数以 w_1 计，数值以 % 表示，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m_2 ——磨前过筛干燥后的筛上试料加瓷坩埚（连盖）的质量的数值，单位为克（g）；
- m_3 ——磨后过筛干燥后的筛上试料加瓷坩埚（连盖）的质量的数值，单位为克（g）；
- m_1 ——瓷坩埚（连盖）的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 2 位。取两次平行试验测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.3.5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.10 %。

5.4 堆积密度

按 GB/T 7702.4 测定。

5.5 粒度

5.5.1 原理

用游标卡尺测量一定量试料每颗粒的条径，以条径符合要求的试料质量分数表示产品的粒度。

5.5.2 仪器和设备

5.5.2.1 游标卡尺：分度值 0.02 mm。

5.5.2.2 瓷坩埚（连盖）：容量 20 mL。

5.5.2.3 电子天平：感量 0.001 g。

5.5.3 测定

5.5.3.1 平行做两份试验。

5.5.3.2 用四分法将试料缩分至两份，每份 150 颗。

5.5.3.3 用游标卡尺测量试料的条径。

5.5.3.4 将试料按条径分 3 档：小于（标称条径 -0.1 ）mm；（标称条径 ± 0.1 ）mm；大于（标称条径 $+0.1$ ）mm。把测过条径的每颗试料逐粒放入瓷坩埚中，称重每只瓷坩埚内试料。试料总质量记作 m_4 （精确至 0.001 g），条径在（标称条径 ± 0.1 ）mm 范围内的试料质量记作 m_5 （精确至 0.001 g）。

5.5.4 分析结果的表述

粒度以 w_2 计，数值以 % 表示，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_5}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_5 ——条径在（标称条径 ± 0.1 ）mm 范围内的试料的质量的数值，单位为克（g）；

m_4 ——试料总质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 1 位。取两次平行试验测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.5.5 允许差

平行测定值的相对偏差不大于 2%。

5.6 抗压碎力

按 HG/T 2783 测定。试验样品不经焙烧直接进行测试。

5.7 包装品含水量

按 GB/T 7702.1 测定。

5.8 落粉度

5.8.1 原理

使用与分子筛不相容的有机溶剂清洗试料，分离试料和筛余液，过滤筛余液，将带有粉尘的滤纸烘干、称量，计算得到试料的落粉度。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 异辛烷：分析纯。

5.8.2.2 无灰滤纸：符合 GB/T 1914—2007 中定量滤纸一等品的技术要求。

5.8.3 仪器和设备

5.8.3.1 电热恒温干燥箱：最高温度 250℃，能控制在设定温度 ± 5 ℃内。

5.8.3.2 真空干燥箱：最高温度 250 ℃，能控制在设定温度±5 ℃内，真空度不大于 0.3 kPa。

5.8.3.3 真空干燥器：内径 150 mm。

5.8.3.4 烧杯：容量 500 mL。

5.8.3.5 标准筛：筛孔 0.15 mm。

5.8.3.6 漏斗：口径 (150.0±4.0) mm。

5.8.3.7 电子天平：感量 0.001 g。

5.8.4 测定

5.8.4.1 平行做两份试验。

5.8.4.2 取样约 500 g，用四分法将试料缩分至两份，每份约 125 g。按照 GB/T 6679—2003 的要求采样。将试料置于 (150±5) ℃的电热恒温干燥箱内，干燥 60 min。取出，置于干燥器中，抽真空冷却 30 min，备用。

5.8.4.3 将滤纸置于洁净容器内，放入 (90±5) ℃的真空干燥箱内，干燥 30 min。取出，置于干燥器中，抽真空冷却 30 min，称重 m_6 （精确至 0.001 g）。

5.8.4.4 准确称取 100 g（精确到 1 g）试料，置于烧杯中，加入 200 mL 异辛烷溶液，顺时针轻轻摇晃烧杯约 20 次。

5.8.4.5 将溶液和试料用标准筛分离，用异辛烷冲洗样品、烧杯及标准筛 2 次～3 次，收集所有筛余液。

5.8.4.6 将筛余液通过带有滤纸的漏斗过滤。将带有粉尘的滤纸置于 (90±5) ℃的真空干燥箱内，干燥 30 min。取出，置于干燥器中，抽真空冷却 30 min，称量 m_7 （精确至 0.001 g）。

5.8.5 分析结果的表述

落粉度以 X_1 计，数值以 mg/g 表示，按公式 (3) 计算：

$$X_1 = \frac{(m_7 - m_6) \times 1000}{100} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_7 ——粉尘加滤纸的质量的数值，单位为克 (g)；

m_6 ——滤纸的质量的数值，单位为克 (g)；

100——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后 2 位。取两次平行试验测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.8.6 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.03 mg/g，以大于 0.03 mg/g 的情况不超过 5% 为前提。

5.9 产氮率及氮气回收率

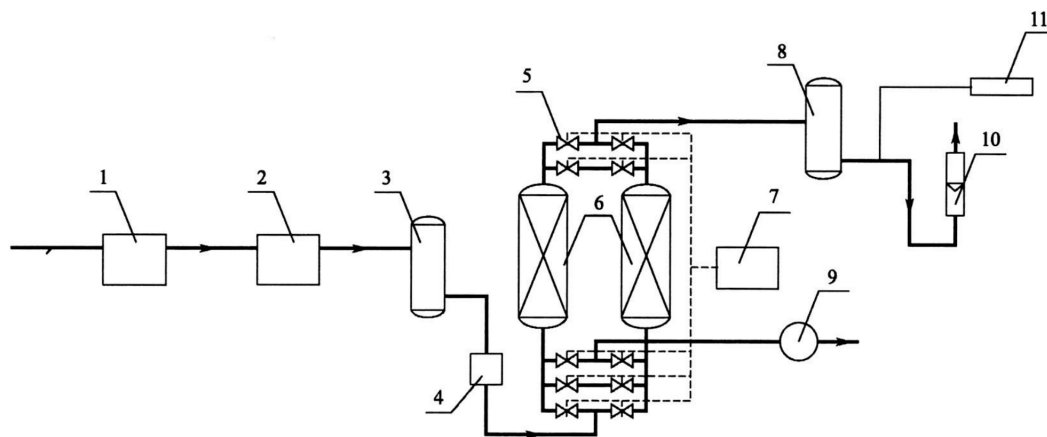
5.9.1 原理

变压吸附法（简称 PSA 法），为无热源的吸附分离过程的一种方法。碳分子筛对被吸附组分（主

要是氧分子)的吸附容量因其分压升高而增加,因其分压下降而减少,这样,碳分子筛在加压时吸附,在减压时解吸,释放出被吸附的组分,使碳分子筛再生,循环操作,连续产出氮气。

5.9.2 仪器与设备

5.9.2.1 碳分子筛吸附评价装置:装置示意图见图1。



说明:

- 1——空气压缩机;
- 2——冷冻干燥机;
- 3——空气缓冲罐;
- 4——质量流量计;
- 5——控制阀;
- 6——吸附塔;
- 7——程序控制器;
- 8——氮气缓冲罐;
- 9——湿式气体流量计;
- 10——玻璃转子流量计;
- 11——氮分析仪。

图1 碳分子筛吸附评价装置示意图

5.9.2.2 空气压缩机:输出压力1.0 MPa。

5.9.2.3 冷冻干燥机:出口空气压力露点不大于7℃。

5.9.2.4 空气缓冲罐:工作压力1.0 MPa。

5.9.2.5 质量流量计:量程 $0.5\text{ m}^3/\text{h}\sim 5\text{ m}^3/\text{h}$ (标准状况),精度2.0级,最大工作压力1.5 MPa。

5.9.2.6 吸附塔:内径50 mm,床层高度1 030 mm。

5.9.2.7 控制阀:10个,两位两通电磁阀。

5.9.2.8 程序控制器:输入8点,输出6点。

5.9.2.9 氮气缓冲罐:工作压力1.0 MPa。

5.9.2.10 湿式气体流量计:精度 $\pm 1\%$,工作压力500 Pa \sim 3 000 Pa, $5\text{ dm}^3/\text{r}$,误差 $\pm 1\%$ 。

5.9.2.11 玻璃转子流量计:量程 $0.1\text{ m}^3/\text{h}\sim 1\text{ m}^3/\text{h}$,精度不低于4级,介质为空气。

5.9.2.12 氮气分析仪：量程 0%~99.999%，最小分度值为 0.001。

5.9.2.13 电子天平：感量 1 g。

5.9.2.14 压力表：精度 1.6 级。

5.9.2.15 温度传感系统：精度 1.5 级。

5.9.2.16 时间记录器：精度 1 s。

5.9.3 测试条件

5.9.3.1 工作压力：0.7 MPa。

5.9.3.2 循环时间：2×40 s。

5.9.3.3 均压时间：1 s。

5.9.3.4 环境温度：(20±2)℃。

5.9.3.5 环境相对湿度：不大于 80%。

5.9.3.6 本试验中，产氮率和氮气回收率的测定以产氮浓度 99.5% 为计量基准。

5.9.4 测定

5.9.4.1 装样

5.9.4.1.1 称取约 3 kg 试料，重量记为 m_8 （精确至 0.001 kg）。

5.9.4.1.2 将试料平均装入测试装置的两个吸附塔中。每次装入量大约是吸附塔容积的 1/5，轻稳敲打吸附塔，继续装入试料。反复此操作，直到试料装至上出气口处，用海绵、法兰盖密封吸附塔。

5.9.4.1.3 称量剩余的试料，重量记为 m_9 （精确至 0.001 kg）。吸附塔内装入的试料质量记为 m_{10} ，为 m_8 与 m_9 的差值（精确至 0.001 kg）。

5.9.4.2 运行

5.9.4.2.1 启动试验装置，使各阀门正常动作。调整进气压力，使吸附塔平衡压力达到 0.7 MPa。

5.9.4.2.2 将尾气接通至湿式气体流量计，将产品气接通至玻璃转子流量计，调整产品气流量至预估位置。

5.9.4.2.3 稳定运行 1 h 后，将产品气接通氮气分析仪，反复缓慢调节玻璃转子流量计，使氮气分析仪读数稳定在氮气浓度 99.5% 处。

5.9.4.2.4 稳定 10 min 后，开始记录时间，记录 0.5 h 内质量流量计累计的入口空气标况体积 V_1 。由氮气分析仪读出产品氮气的体积浓度 C_1 ，由玻璃转子流量计读出产品氮气的流量 Q_1 ，记录流量计前对应的绝对压力 p_1 、温度 T_1 。

5.9.5 分析结果的表述

5.9.5.1 产氮率

标况下的产品氮气流量以 Q_2 计，数值以 m^3/h 表示，按公式（4）计算：

$$Q_2 = Q_1 \sqrt{\frac{p T_1}{p_1 T}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

Q_1 ——实际测得的产品氮气流量的数值，单位为立方米每小时（ m^3/h ）；

p ——标况下大气压力的数值，单位为千帕（kPa）[取 $p = 101.325$ （绝压）]；

T_1 ——流量计前气体实际温度的数值，单位为开（K）；

p_1 ——流量计前气体实际绝对压力的数值，单位为千帕（kPa）；

T ——标况下大气温度的数值，单位为开（K）（取 $T = 293.15$ ）。

产氮率以 X_2 计，数值以 $\text{m}^3/(\text{t} \cdot \text{h})$ 表示，按公式（5）计算：

$$X_2 = \frac{Q_2 C_1}{m_{10}} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

Q_2 ——标况下产品氮气流量的数值，单位为立方米每小时（ m^3/h ）；

C_1 ——产品氮气的体积浓度；

m_{10} ——装入吸附塔内试料的质量的数值，单位为千克（kg）。

计算结果表示到小数点后 1 位。取平行试验测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.9.5.2 氮气回收率

标况下的入口空气流量以 Q_3 计，数值以 m^3/h 表示，按公式（6）计算：

$$Q_3 = \frac{V_1}{0.5} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

V_1 ——0.5 h 内质量流量计累计的入口空气标况体积的数值，单位为立方米（ m^3 ）；

0.5——累计测试时间的数值，单位为小时（h）。

氮气回收率以 X_3 计，数值以 % 表示，按公式（7）计算：

$$X_3 = \frac{Q_2 C_1}{Q_3 C_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

Q_2 ——标况下产品氮气流量的数值，单位为立方米每小时（ m^3/h ）；

C_1 ——产品氮气的体积浓度；

Q_3 ——标况下入口空气流量的数值，单位为立方米每小时（ m^3/h ）；

C_2 ——入口空气中非氧气体的体积浓度（ $C_2 = 79.1\%$ ）。

计算结果表示到小数点后 1 位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.9.6 允许差

平行测量 3 次，平行测定值的相对偏差不大于 2%。

6 检验规则

6.1 检验项目

表 1 中项目均为出厂检验项目。

6.2 组批

以相同材料和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产品的日产量为一批，最大批量为 2 t，供需双方按约定组批检验。

6.3 采样方案

按 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定确定采样单元数，随机确定采样的位置。采样时用采样器自包装容器中心插入容器的 1/4 处采取试料，采样总量不得少于 16 kg。

6.4 样品缩分

将采取的样品混合均匀后，按四分法缩分取样，分装于两个清洁、干燥的容器（试样包装容器应符合 GB/T 6679—2003 中 9.1 的规定）中，每个容器中装样不少于 4 kg。密封并粘贴标签，标签上注明生产厂名称、产品名称、规格、产品批号（或生产日期）、批量、采样日期和采样者。一份供检验用；另一份作为保留试样，保留期为 12 个月，以供查验。

6.5 结果判定

6.5.1 本标准中产品质量指标合格判定，采用 GB/T 8170—2008 中的“修约值比较法”。

6.5.2 出厂检验的项目全部符合本标准的要求时，判该批产品合格。

6.5.3 如果检验结果有一项指标不符合本标准的要求，应按 6.3 规定重新于双倍采样桶数中采取试料进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，也应判该批产品不合格。

6.5.4 产品应由生产厂技术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符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书。证明书包括以下内容：生产厂名称、产品名称、规格、批号或生产日期、产品净含量和本标准编号。

7 包装、标识、贮存和运输

7.1 产品用高密度聚乙烯塑料桶真空包装（或由供需双方商定包装方法），包装净含量可以为 (20 ± 0.20) kg、 (40 ± 0.40) kg、 (75 ± 0.75) kg，每批的平均单包装净含量分别不得低于 20.0 kg、40.0 kg、75.0 kg。也可采用供需双方合同约定的包装规格。

7.2 包装标志应符合 GB/T 191 的规定，包装上应清楚标明生产厂名称、产品名称、规格、批号或生产日期、净含量等字样并标印“怕雨”标志。

7.3 在贮存和运输过程中应轻放，防止包装破裂。应防潮、防晒、防雨、通风，并应远离火种和热源，不能与强氧化剂混贮或混运。