

ICS 71.040.99; 71.100.99

G 60; G 85

备案号: 65264~65267—2018; 65638—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5335~5339—2018

分子筛吸附温升测定方法、 分子筛落粉度测定方法、锂低硅 X 型 分子筛、脱碳氧化合物用分子筛吸附剂 和稳定性同位素¹⁵N 标记的三聚氰胺 (2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5335—2018	分子筛吸附温升测定方法	(1)
HG/T 5336—2018	分子筛落粉度测定方法	(9)
HG/T 5337—2018	锂低硅 X 型分子筛	(15)
HG/T 5338—2018	脱碳氧化合物用分子筛吸附剂	(29)
HG/T 5339—2018	稳定性同位素 ¹⁵ N 标记的三聚氰胺	(41)

ICS 71. 100. 99
G 85
备案号：65266—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5338—2018

脱碳氧化合物用分子筛吸附剂

Molecular sieve adsorbent for removing carbon-oxygen compounds

2018-10-22 发布

2019-04-01 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、上海绿强新材料有限公司。

本标准主要起草人：周永贤、张佳、朱琳、徐华胜、朱怡、王鹏飞。

脱碳氧化合物用分子筛吸附剂

1 范围

本标准规定了脱碳氧化合物用分子筛吸附剂的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、包装、标识、贮存和运输。

本标准适用于脱碳氧化合物用分子筛吸附剂，其主要用途为脱除烃类物流中的碳氧化合物杂质。

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 6286 分子筛堆积密度测定方法

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 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

脱碳氧化合物用分子筛吸附剂 **molecular sieve adsorbent for removing carbon-oxygen compounds**
用于脱除烃类物流中的碳氧化合物杂质的分子筛吸附剂。

4 要求

脱碳氧化合物用分子筛吸附剂应符合表 1 的要求，同时应符合标明值。

表 1 脱碳氧化合物用分子筛吸附剂的要求

项 目		粒径 d 1.5 mm~3.0 mm	粒径 d 3.0 mm~5.0 mm
外观		球形颗粒，无机械杂质	
磨耗率/%		≤ 0.25	
松装堆积密度/(g/mL)		≥ 0.65	
抗压碎力	抗压碎力均值/(N/颗)	≥ 30	50
	抗压碎力相对标准偏差	≤ 0.3	0.3
包装品含水量 [(550±10) °C，1 h] ^a /%		≤ 2.0	
吸附容量/(mL/g)		≥ 10.0	
^a 包装品含水量以出厂检验为准。			

5 试验方法

5.1 外观

目测。

5.2 磨耗率的测定

5.2.1 原理

将一定量经焙烧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, 测定磨损的量占试料的质量百分比, 表示其磨耗率。

5.2.2 仪器和设备

5.2.2.1 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。

5.2.2.2 瓷坩埚 (连盖): 容量 150 mL。

5.2.2.3 试验筛: 筛孔 0.85 mm、0.60 mm。

5.2.2.4 箱式电阻炉: 可控制在设定温度 \pm 10 $^{\circ}$ C内。

5.2.2.5 真空干燥器: 内径 150 mm。

5.2.2.6 真空泵: 抽气速率不小于 0.5 L/s。

5.2.2.7 真空表: 1.01 \times 10³ Pa~0 Pa, 1.5 级。

5.2.2.8 天平: 感量 0.001 g。

5.2.3 测定

5.2.3.1 平行做两份试验。

5.2.3.2 取约 100 g 试料, 用四分法将试料缩分至两份, 每份约等于磨耗试验用量: (25 \pm 2) g。

5.2.3.3 称量两只已在 $(550 \pm 10)^\circ\text{C}$ 焙烧至恒重的瓷坩埚质量 m_1 (精确至 0.001 g)。将两份试料分别倒入筛孔为 0.85 mm 的试验筛, 除去磨前碎粉, 分别转移至两只已知质量的瓷坩埚中。

5.2.3.4 将瓷坩埚和坩埚盖(不盖在坩埚上)放入箱式电阻炉中, 在 $(550 \pm 10)^\circ\text{C}$ 下焙烧 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 1.01×10^3 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活塞, 使经过干燥管的空气慢慢通入干燥器内, 打开真空干燥器, 取出瓷坩埚, 立即称量 m_2 (精确至 0.001 g)。

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

5.2.3.6 取下磨样筒, 将试料用筛孔为 0.60 mm 的试验筛过筛后, 倒回原坩埚中。按 5.2.3.4 同样方法焙烧、冷却磨后的试料。

5.2.3.7 称量瓷坩埚和磨后过筛的筛上物焙烧后试料质量 m_3 (精确至 0.001 g)。

5.2.4 分析结果的表述

磨耗率的质量分数 w_1 , 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 ——磨前过筛焙烧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 ——磨后过筛焙烧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的算术平均值作为测定结果。

5.2.5 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 0.10 %, 以大于 0.10 % 的情况不超过 5 % 为前提。

5.3 松装堆积密度的测定

按 GB/T 6286 中的规定进行测定。

5.4 抗压碎力的测定

按 HG/T 2783 中的规定进行测定。

5.5 包装品含水量的测定

5.5.1 原理

按规定自包装容器内取样, 将试料在 $(550 \pm 10)^\circ\text{C}$ 箱式电阻炉内焙烧, 称量测定其焙烧失重。

5.5.2 仪器和设备

5.5.2.1 天平: 感量 0.001 g。

5.5.2.2 瓷坩埚(连盖): 容量 50 mL。

5.5.2.3 箱式电阻炉：可控制在设定温度 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ 内。

5.5.2.4 真空干燥器：内径 150 mm。

5.5.2.5 真空泵：抽气速率不小于 0.5 L/s。

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

5.5.3 测定

5.5.3.1 平行做两份试验。

5.5.3.2 称量已于 $(550 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ 恒重的瓷坩埚（连盖）的质量 m_4 （精确至 0.001 g）。

5.5.3.3 用采样器将自包装容器中心插入桶 3/4 处采取的试料（取样量不应少于 10 g），立即转移到塑料样品袋中密封。迅速用瓷坩埚称取 1.5 g \sim 2.0 g 试料 m_5 （精确至 0.001 g）。

5.5.3.4 将瓷坩埚及坩埚盖（不盖在坩埚上）置于箱式电阻炉中，在 $(550 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ 焙烧 1 h。

5.5.3.5 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。

5.5.3.6 缓慢旋转真空干燥器盖上活塞，使经过干燥管的空气慢慢通入干燥器内，打开真空干燥器，取出瓷坩埚，立即称量 m_6 （精确至 0.001 g）。

5.5.4 分析结果的表述

包装品含水量的质量分数 w_2 ，数值以 % 表示，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_5 - m_6}{m_5 - m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_5 ——瓷坩埚（连盖）加焙烧前试料的质量的数值，单位为克（g）；

m_6 ——瓷坩埚（连盖）加焙烧后试料的质量的数值，单位为克（g）；

m_4 ——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的算术平均值作为测定结果。

5.5.5 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这两个测试值的算术平均值的 10 %，以大于这两个测试值的算术平均值的 10 % 的情况不超过 5 % 为前提。

5.6 吸附容量的测定

5.6.1 原理

以二氧化碳作为吸附质测定脱碳氧化合物分子筛吸附剂的吸附容量。吸附在常温下进行，通过微量二氧化碳分析仪测定吸附前、后的二氧化碳浓度，计算出其吸附容量，以此表征脱碳氧化合物分子筛吸附剂的性能。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 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。

5.6.2.2 二氧化碳气体：纯度 99.999 %。

5.6.2.3 氮气气体：纯度 99.999 %。

5.6.2.4 甲烷气体：纯度 99.999 %。

5.6.2.5 石英砂：分析纯。

5.6.3 仪器

5.6.3.1 固定床吸附评价装置：装置示意图见图 1，主要性能设计参数见表 2。

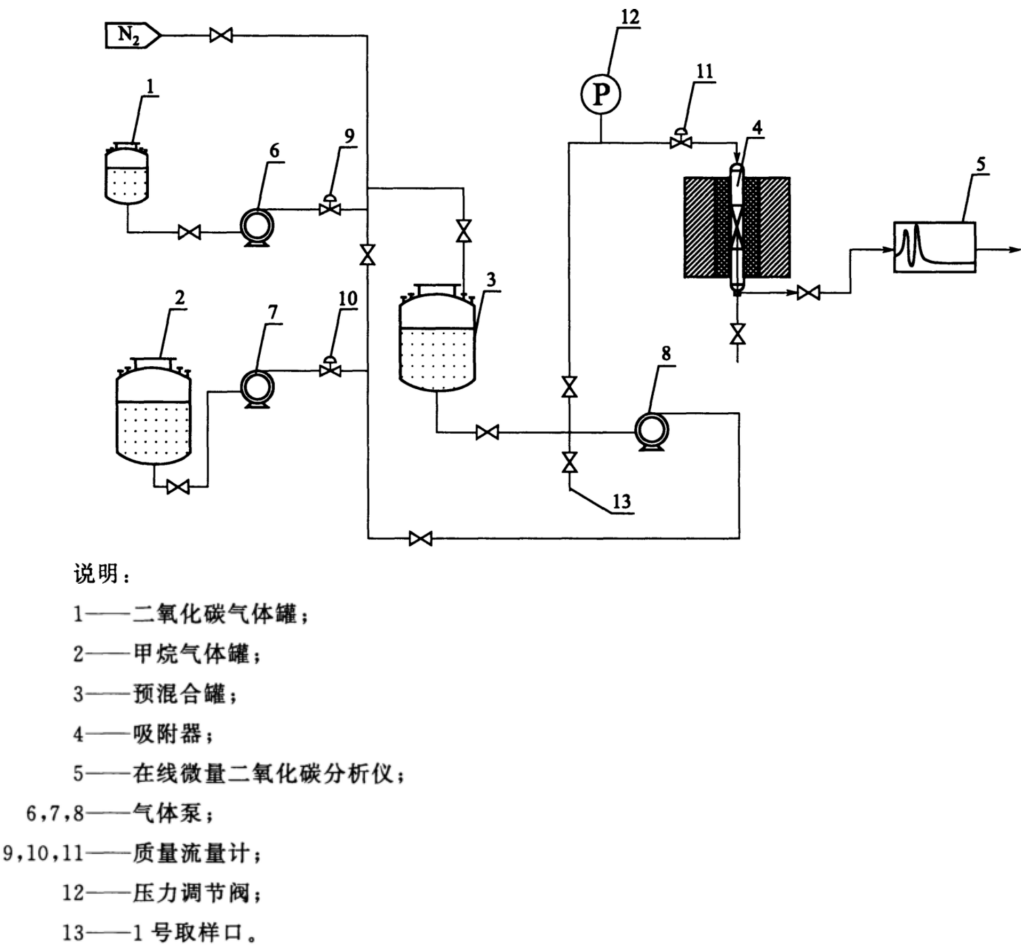


图 1 固定床吸附评价装置示意图

表 2 固定床吸附评价装置主要性能设计参数

项 目	参 数
吸附器规格/mm	$d\ 26\times h\ 120$
最高使用压力/MPa	3.0

5.6.3.2 箱式电阻炉：可控制在设定温度 $\pm 10\ ^\circ\text{C}$ 内。

5.6.3.3 真空干燥器：内径 150 mm。

5.6.3.4 瓷坩埚：容量 100 mL。

5.6.3.5 标准筛网：筛孔 0.85 mm、1.18 mm。

5.6.4 试样准备

5.6.4.1 取约 300 g 待测试样，破碎过筛后取粒径在 0.85 mm~1.18 mm 之间的试料备用。

5.6.4.2 将试料转移至瓷坩埚中，将瓷坩埚和坩埚盖（不盖在坩埚上）放入箱式电阻炉中，在 (550 ± 10) °C 下焙烧 2 h。取出，置于真空干燥器内，冷却至室温后取出。

5.6.4.3 量取 50 mL 试料，称量 m_7 (精确至 0.001 g)。

5.6.5 测定

5.6.5.1 试料装填

在吸附器底部垫好孔板，再加入不锈钢丝网，加入 5 mL 1.6 mm~2.5 mm 的石英砂，振实。将试料小心倒入吸附器中，轻轻敲击管壁，使吸附剂床层装填紧密、均匀、平整，测量其吸附剂床层的装填高度。然后加入一层不锈钢丝网，用 1.6 mm~2.5 mm 的石英砂填满吸附器，再加上一层不锈钢丝网，拧紧吸附器螺帽，接入固定床吸附评价装置。

5.6.5.2 系统试漏

打开氮气总阀，向系统内通入氮气，并稳定在 0.5 MPa。关闭系统进、出口阀门，如在 0.5 h 内压力下降小于 0.02 MPa，则视为系统密封。试漏符合要求后打开系统出口阀排气，使系统压力降至常压。

5.6.5.3 原料气中二氧化碳含量的测定

完成在线微量二氧化碳分析仪的基线校正。打开原料气及二氧化碳罐阀门，打开气体泵，通过质量流量计控制，将定量的甲烷与二氧化碳共同通入预混合罐后，关闭气体阀门。打开循环泵，将预混合罐中气体打循环至混合均匀，通过 1 号取样口取样测试二氧化碳含量。

5.6.5.4 吸附容量的测定

原料气中二氧化碳含量测定完成后，打开吸附器进、出口阀门，按表 3 调节系统压力、原料空速等参数条件，向吸附器中注入已混合均匀的原料气。测定过程中，实验室使用空调恒温 (25 ± 2) °C。通过质量流量计控制气体流量 v ，开始计时同时分析出口二氧化碳含量，每 15 min 分析一次。当出口二氧化碳体积分数 $\geq 1 \mu\text{L/L}$ 时，记录吸附时长 t ，结束试验。

表 3 吸附容量的测定参数条件

项 目	参 数
试料装填量/mL	50
测试空速/ h^{-1}	$2\,000 \pm 100$
系统压力/MPa	0.5
测定温度/°C	25 ± 2
原料气中二氧化碳体积分数/ $(\mu\text{L/L})$	300 ± 30

5.6.5.5 停车

试验结束后，放尽罐内物料，泄压，拆出试料。用氮气吹扫系统，氮封，防止进空气。关闭控制柜电源，电脑关机，停车完毕。

5.6.6 分析结果的表述

吸附容量以 V_0 计，数值以毫升每克 (mL/g) 表示，按公式 (3) 计算：

$$V_0 = \frac{tv\varphi}{1\,000m_7} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- t ——试验时间的数值，单位为分钟 (min)；
- v ——气体流量的数值，单位为标准升每分钟 (L/min)；
- φ ——原料中二氧化碳体积分数的数值，单位为微升每升 ($\mu\text{L/L}$)；
- m_7 ——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

计算结果保留到小数点后 2 位。

6 检验规则

6.1 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为一批，用户按接受批检验。

6.2 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 3/4 处采取试料，每个包装容器采样量不少于 100 g，采样总量不得少于 2 kg。如大包装内有小包装，则按 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定确定小包装采样单元数，随机抽取小包装取样，每个小包装采样量不少于 50 g。

6.3 样品缩分

将采取的样品用四分法迅速缩分至 1 kg，分装于两个清洁、干燥、密闭的容器（应符合 GB/T 6679—2003 中 9.1 的规定）中，粘贴标签，注明生产厂名称、产品名称、规格、等级、产品批号、批量、采样日期和采样者。一份供检验用；另一份保留 3 个月，以供查验。

6.4 结果判定

- 6.4.1 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”。
- 6.4.2 出厂检验的项目全部符合本标准要求时，判该批产品合格。
- 6.4.3 如果检验结果有一项指标不符合本标准要求，应按 6.2 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要求，也应判产品不合格。
- 6.4.4 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要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书，证明书包括下列内容：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 产品采用密封包装（或由供需双方商定包装方法）。包装净含量可以为 (25 ± 0.25) kg、 (35 ± 0.35) kg、 (40 ± 0.40) kg、 (150 ± 1.5) kg、 (180 ± 1.8) kg。每批的平均单包装净含量不得低于 25.0 kg、35.0 kg、40.0 kg、150.0 kg、180.0 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、等级、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避免受潮。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
分 子 筛 吸 附 温 升 测 定 方 法、
分 子 筛 落 粉 度 测 定 方 法、锂 低 硅 X 型
分 子 筛、脱 碳 氧 化 合 物 用 分 子 筛 吸 附 剂
和 稳 定 性 同 位 素 ^{15}N 标 记 的 三 聚 氰 胺
(2018)

HG/T 5335~5339—2018

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)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 3 $\frac{3}{4}$ 字数 87 千字

2019 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·2509

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：56.00 元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

