

ICS 71.100.99
G 85

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5337-xxxx

锂低硅 X 型分子筛

Lithium low silicon X type molecular sieve

(报批稿)

××××-××-××发布

××××-××-××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/TC 105/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：朱琳、王鹏飞、张佳、周永贤、朱怡、李豫晨。

锂低硅 X 型分子筛

1 范围

本标准规定了锂低硅 X 型分子筛的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、包装、标识、贮存和运输。

本标准适用于颗粒状锂低硅 X 型分子筛，本产品可用于空气分离制氧等。

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 6288 粒状分子筛粒度测定方法

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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

HG/T XXXX 分子筛落粉度测定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

锂低硅 X 型分子筛 lithium low silicon X type molecular sieve

低硅铝比 X 型分子筛经过锂离子交换工艺处理后得到的分子筛产品。

注1：二氧化硅与三氧化二铝摩尔数相对比值为2.0~2.2。

注2：晶体结构可通过X射线衍射法判定。

3.2

氮氧分离系数 separation factor of nitrogen and oxygen

氮氧在吸附相中的平衡吸附量与氮氧在气相中的摩尔分数的比值。

$$\text{氮氧分离系数(比)} \alpha = \frac{X_{N_2} \times Y_{O_2}}{X_{O_2} \times Y_{N_2}}$$

注：X 为吸附质在吸附相（吸附剂）中的平衡吸附量，Y 为吸附质在气相中的摩尔分数。

4 要求

锂低硅 X 型分子筛应符合表 1 要求，同时应符合标明值。

表 1 锂低硅 X 型分子筛的要求

项 目	粒径 $d (0.4 \text{ mm} \sim 1.0 \text{ mm})$	粒径 $d (1.0 \text{ mm} \sim 1.7 \text{ mm})$	粒径 $d (1.7 \text{ mm} \sim 2.5 \text{ mm})$
外观	球形颗粒，无机械杂质		
磨耗率/%	≤	—	0.30
静态氮气吸附量（吸附温度 $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$, 1 atm）/cm ³ /g	≥	20.0	20.0
氮氧分离系数（吸附温度 $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$ ）	≥	6.20	6.20
粒度/%	≥	95	
振实堆积密度/(g/mL)	≥	0.62	0.62
抗压	抗压碎力均值/(N/颗)	≥	—
碎力	抗压碎力相对标准偏差	≤	—
包装品含水量 $((550 \pm 10)^\circ\text{C}, 1 \text{ h})^a/\%$	≤	1.5	
落粉度/mg/g	≤	0.40	—
^a 包装品含水量以出厂检验为准。			

5 试验方法

本标准中所用水，在没有注明规格时，均应符合GB/T 6682中实验室用三级水。

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×长度）36 mm×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 $\pm 10^\circ\text{C}$ 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： $1.01 \times 10^3 \text{ Pa} \sim 0 \text{ Pa}$, 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 取试料约 100 g，用四分法将试料缩分至两份，每份约等于磨耗试验用量：(25±2) g。

5.2.3.3 称量两只已在 (550 ± 10) ℃焙烧恒重的瓷坩埚质量 m_1 （准确至0.001g）。将两份试料分别倒入筛孔为0.85mm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 ± 10) °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 （准确至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，再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 1000 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 (准确至 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, 按式(1)计算:

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

式中：

m_2 ——磨前过筛焙烧后的筛上试料加瓷坩埚(连盖)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)质量的数值,单位为克(g);

m_1 — 瓷坩埚(连盖)质量的数值, 单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。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 静态氮气吸附量的测定

5.3.1 原理

在 25℃ 条件下，通过静态吸附容量法测定分子筛试料在一个大气压下的氮气平衡吸附量。

5.3.2 仪器和设备

5.3.2.1 试验装置：符合静态气体吸附容量法基本原理，真空度大于等于 1.3 Pa，气体量管恒温控制不大于 ± 0.1 °C，体积测量精度 0.05 cm³的试验装置。

5.3.2.2 分析天平：感量为 0.1 mg。

5.3.2.3 干燥箱：可控制温度在设定温度 ± 5 °C内。

5.3.2.4 真空干燥器：内径 150 mm。

5.3.2.5 温度计: 0 °C~50 °C, 分度值 0.1 °C。

5.3.3 材料

5.3.3.1 氮气：钢瓶装，纯度不低于 99.999%。

5.3.3.2 氢气：钢瓶装，纯度不低于99.999%。

5.3.3.3 液氯。

5.3.4 测定

5.3.4.1 试料准备

5.3.4.1.1 平行做两份试验。

5.3.4.1.2 试料测试前应放置在干燥箱中烘干，在 (110 ± 5) ℃下烘干2 h，置于真空干燥器中，试料自然冷却至室温。

注：当包装品含水量≤5.0%时，可直接进行脱气操作。

5.3.4.2 试料预处理和脱气

5.3.4.2.1 将杜瓦瓶中液氮加至离上端5 cm处。小心将脱气站冷阱浸入杜瓦瓶中，将杜瓦瓶保温盖安好。

5.3.4.2.2 将干净的空样品管安装在脱气站上脱气，在350℃脱气至少10 min。然后待空管温度恢复至室温后，回填氮气至常压。将样品管从脱气站移开后，用塞子密封好，准确称量空样品管重量，精确至0.1 mg，此质量记为 m_4 。如采用自动密封塞，应先使用密封塞密封好样品管后，再进行脱气及测试。如没有采用自动密封塞，当空管从脱气站移开时，应立即用胶塞子塞上，避免称量误差。

5.3.4.2.3 称取0.3 g~0.4 g试料，使用漏斗将试料倒入样品管底部。

5.3.4.2.4 把样品管与脱气口连接，套好加热套，设定脱气时的加热温度为350℃，开始加热抽真空。升温速度10℃/min。当加热温度达到350℃，系统真程度达到1.3 Pa时，再连续脱气4 h。具有多级温度设置程序仪器，可设定低温段90℃，脱气至1.3 Pa后，升温至350℃，再连续脱气4 h。然后待样品管温度恢复至室温后，回填氮气至常压。

注：部分试料经350℃加热脱气可能影响其吸附性能，可在其他温度下脱气，但测试报告中应注明。

5.3.4.2.5 从脱气口取下脱气后的样品管，如果没有自动密封头，要用胶塞子迅速堵上样品管口，称量，精确至0.1 mg，此质量记为 m_5 。

5.3.4.3 死体积的测定

5.3.4.3.1 将装有试料的样品管移至分析系统试料接口。开始分析前确认钢瓶气体压力不低于1.4 MPa，减压表压力设定为0.10 MPa~0.14 MPa。

5.3.4.3.2 配制 (25.0 ± 0.2) ℃的水，使用温度计测量后加入分析口杜瓦瓶中，液面距瓶口约5 cm处。升高杜瓦瓶，将样品管浸入至杜瓦瓶中，控制试料低于液面不少于10 cm，并在整个测定过程中保持这一高度差。抽气排空待测样品管中的氮气，使系统压力低于1.3 Pa。

5.3.4.3.3 向分析系统中已校准体积的气体量管充入氦气，至压力达到79.9 kPa~119.9 kPa，记录压力和温度，然后打开待测试料阀，使氦气冲入样品管。平衡5 min后，记录平衡压力和温度，根据记录的压力和温度以及已知的量管体积，得到死体积。

5.3.4.4 试料分析

5.3.4.4.1 抽气排空分析系统氦气，使系统压力低于1.3 Pa。

5.3.4.4.2 根据分析要求向系统充入氮气，在设定压力条件下测定吸附试验点，记录相应的平衡吸附压力P，根据记录的平衡压力、温度、已知的量管体积以及死体积计算得到吸附量 V_{N_2} 。测试中设定压力为101.325 kPa。

5.3.4.4.3 测定完成后，抽空排除系统及样品管内的氮气，移去杜瓦瓶，待样品管温度回升到室温，用氮气回填样品管至常压。

5.3.4.4.4 若采用自动物理吸附仪，通过仪器内置软件控制系统，输入待测试料分析信息，上述脱气及分析过程在计算机控制下自动完成。

5.3.5 分析结果的表述

静态氮气吸附量 X_1 ，数值以 cm^3/g 表示，按式（2）计算：

$$X_1 = \frac{V_{N_2}}{m_5 - m_4} \dots \quad (2)$$

式中：

V_{N_2} ——25℃，设定压力 101.325kPa 条件下试料的氮气平衡吸附量的数值，单位为立方厘米(cm^3)；

m_5 ——脱气后，样品管与样品质量的数值，单位为克(g)；

m_4 ——空样品管质量的数值，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。取两次平行试验测定的算术平均值作为测定结果。

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

5.4 静态氮氧分离系数的测定

5.4.1 原理

在 25℃ 条件下，测定分子筛试料在不同分压下对氮气和氧气的平衡吸附量，根据氮氧分离系数(比)定义式计算得到分子筛试料的氮氧分离系数(比)。

5.4.2 仪器和设备

5.4.2.1 试验装置：符合静态气体吸附容量法基本原理，真空度大于等于 1.3 Pa，气体量管恒温控制不大于 ± 0.1 ℃，体积测量精度 0.05 cm^3 的试验装置。

5.4.2.2 分析天平：感量为 0.1 mg。

5.4.2.3 干燥箱：可控制温度在设定温度 ± 5 ℃ 内。

5.4.2.4 真空干燥器：内径 150 mm。

5.4.2.5 温度计：0 ℃~50 ℃，分度值 0.1 ℃。

5.4.3 材料

5.4.3.1 氮气：钢瓶装，纯度不低于 99.999%。

5.4.3.2 氧气：钢瓶装，纯度不低于 99.999%。

5.4.3.3 氦气：钢瓶装，纯度不低于 99.999%。

5.4.3.4 液氮。

5.4.4 测定

5.4.4.1 试料准备

5.4.4.1.1 平行做两份试验。

5.4.4.1.2 试料测试前应放置在干燥箱中烘干，在 (110 ± 5) ℃ 下烘干 2 h，置于真空干燥器中，试料自然冷却至室温。

注：当包装品含水量 $\leq 5.0\%$ 时，可直接进行脱气操作。

5.4.4.2 试料预处理和脱气

5.4.4.2.1 将杜瓦瓶中液氮加至离上端 5 cm 处。小心将脱气站冷阱浸入杜瓦瓶中，将杜瓦瓶保温盖安好。

5.4.4.2.2 将干净的空样品管安装在脱气站上脱气，在 350 °C 脱气至少 10 min。然后待空管温度恢复至室温后，回填氮气至常压。将样品管从脱气站移开后，用塞子密封好，准确称量空样品管重量，精确至 0.1 mg，此质量记为 m_6 。如采用自动密封塞，应先使用密封塞密封好样品管后，再进行脱气及测试。如没有采用自动密封塞，当空管从脱气站移开时，应立即用胶塞子塞上，避免称量误差。

5.4.4.2.3 称取 0.3 g~0.4 g 试料，使用漏斗将试料倒入样品管底部。

5.4.4.2.4 把样品管与脱气口连接，套好加热套，设定脱气时的加热温度为 350 °C，开始加热抽真空。升温速度 10 °C/min。当加热温度达到 350 °C，系统真程度达到 1.3 Pa 时，再连续脱气 4 h。具有多级温度设置程序仪器，可设定低温段 90 °C，脱气至 1.3 Pa 后，升温至 350 °C，再连续脱气 4 h。然后待样品管温度恢复至室温后，回填氮气至常压。

注：部分试料经 350 °C 加热脱气可能影响其吸附性能，可在其他温度下脱气，但测试报告中应注明。

5.4.4.2.5 从脱气口取下脱气后的样品管，如果没有自动密封头，要用胶塞子迅速堵上样品管口，称量，精确至 0.1 mg，此质量记为 m_7 ，由 m_7 与 m_6 之差得到试料净质量 $m_{N2}(m_{O2})$ 。

5.4.4.3 死体积的测定

5.4.4.3.1 将装有试料的样品管移至分析系统试料接口。开始分析前确认钢瓶气体压力不低于 1.4 MPa，减压表压力设定为 0.1 MPa~0.14 MPa。

5.4.4.3.2 配制 (25±0.2) °C 的水，使用温度计测量后加入分析口杜瓦瓶中，液面距瓶口约 5 cm 处。升高杜瓦瓶，将样品管浸入至杜瓦瓶中，控制试料低于液面不少于 10 cm，并在整个测定过程中保持。抽气排空待测样品管中的氮气，使系统压力低于 1.3 Pa。

5.4.4.3.3 向分析系统中已校准体积的气体量管充入氦气，至压力达到 79.9 kPa~119.9 kPa，记录压力和温度，然后打开待测试料阀，使氦气冲入样品管。平衡 5 min 后，记录平衡压力和温度，根据记录的压力和温度以及已知的量管体积，得到死体积。

5.4.4.4 试料分析

5.4.4.4.1 抽气排空分析系统氦气，使系统压力低于 1.3 Pa。

5.4.4.4.2 根据分析要求向系统充入分析气体，在设定压力条件下测定吸附试验点，记录相应的平衡吸附压力 P，根据记录的平衡压力、温度、已知的量管体积以及死体积计算得到吸附量 V_{N2} (V_{O2})。测试中，氮气设定压力为 79.113 kPa，氧气设定压力为 21.221 kPa。

5.4.4.4.3 测定完成后，抽空排除系统及样品管内的分析气体，移去杜瓦瓶，待样品管温度回升到室温，用氮气回填样品管至常压。

5.4.4.4.4 若采用自动物理吸附仪，通过仪器内置软件控制系统，输入待测试料分析信息，上述脱气及分析过程在计算机控制下自动完成。

5.4.5 分析结果的表述

分子筛氮氧分离系数 α ，按式 (3) 计算：

$$\alpha = \frac{X_{N2} \times Y_{O2}}{X_{O2} \times Y_{N2}} = \frac{V_{N2} \times m_{O2} \times Y_{O2}}{V_{O2} \times m_{N2} \times Y_{N2}} \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

X_{N_2} ——25℃，设定压力79.113 kPa条件下，单位质量试料的氮气平衡吸附量的数值，单位为立方厘米每克（ cm^3/g ）；

K_{O_2} ——21.0%，为氧气在空气中摩尔分数的数值；

X_{O_2} ——25℃，设定压力21.221 kPa条件下，单位质量试料的氧气平衡吸附量的数值，单位为立方厘米每克（ cm^3/g ）；

K_{N_2} ——78.1%，为氮气在空气中摩尔分数的数值；

V_{N_2} ——25℃，设定压力79.113 kPa条件下，试料的氮气平衡吸附量的数值，单位为立方厘米（ cm^3 ）；

m_{N_2} ——测试氮气平衡吸附量时试料质量的数值，单位为克（g）；

V_{O_2} ——25℃，设定压力21.221 kPa条件下，试料的氧气平衡吸附量的数值，单位为立方厘米（ cm^3 ）；

m_{O_2} ——测试氧气平衡吸附量时试料质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位。取两次平行试验测定的算术平均值作为测定结果。

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

5.5 粒度的测定

按GB/T 6288中的规定进行测定。

5.6 堆积密度的测定

按GB/T 6286中的规定进行测定。

5.7 抗压碎力的测定

按HG/T 2783中的规定进行测定。

5.8 包装品含水量的测定

5.8.1 原理

按规定自包装容器内取样，将试料在（550±10）℃箱式电阻炉内焙烧，称量测定其焙烧失重。

5.8.2 仪器和设备

5.8.2.1 天平：感量0.001 g。

5.8.2.2 瓷坩埚（连盖）：容量50 mL。

5.8.2.3 箱式电阻炉：可控制在设定温度±10 ℃内。

5.8.2.4 真空干燥器：内径150 mm。

5.8.2.5 真空泵：抽气速率不小于0.5 L/s。

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

5.8.3 测定

5.8.3.1 平行做两份试验。

5.8.3.2 称量已于（550±10）℃恒重的瓷坩埚（连盖）的质量 m_8 （准确至0.001 g）。

5.8.3.3 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～2.0 g试料 m_9 （准确至0.001 g）。

5.8.3.4 将瓷坩埚及坩埚盖（不盖在坩埚上）置于箱式电阻炉中内，在（550±10）℃焙烧1 h。

5.8.3.5 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 1.01×10^3 Pa 的条件下，关闭真空泵，冷却至室温。

5.8.3.6 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_{10} (准确至 0.001 g)。

5.8.4 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，按式(4)计算：

武中：

m_0 —瓷坩埚(连盖)加焙烧前试料质量的数值, 单位为克(g);

m_{10} —瓷坩埚(连盖)加焙烧后试料质量的数值, 单位为克(g);

m_s —瓷坩埚(连盖)质量的数值, 单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。取两次平行试验测定的算术平均值作为测定结果。

5.8.5 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。

5.9 落粉度的测定

按HG/T XXXX中的规定进行测定。

6 检验规则

6.1 检验项目分类

项目均为出厂检验项目。

6.2 組批

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批产品为一批，用户按接受批检验。

6.3 采样方案

按 GB/T 6678-2003 中 7.6 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 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。

6.4 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 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。

6.5 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要求时，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要求时，也应判产品不合格。

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、（125±1.25）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、125.0 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 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。