

ICS 71. 100. 99
G 85
备案号:38613—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2690—2012
代替 HG/T 2690—1995

13X 分子筛

Molecular sieve 13X

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

全兴填料
www.jxqx.com

江西全兴化工填料有限公司
JiangXi QuanXing Chemical Packing CO.,LTD
电话: 0799-6798888 QQ及微信: 323498

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 2690—1995《13X 分子筛》，与 HG/T 2690—1995 相比，主要技术变化如下：

- 提高了产品的部分主要技术要求，增加了 13X 分子筛原粉的技术要求；
- 对试验操作细节做了相应的改进；
- 增加了包装规格。

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、上海绿强新材料有限公司。

本标准主要起草人：朱琳、王鹏飞、周永贤、邓琦、顾艳、贺少鹏、商照聪、祁新宇。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 2690—1995。

13X 分子筛

1 范围

本标准规定了 13X 分子筛的要求、试验方法、检验规则、包装、标识、贮存和运输。

本标准适用于 13X 分子筛球形和条形产品、13X 分子筛原粉，主要用途为一般气体干燥，空分装置原料气的净化(脱除 H₂O 和 CO₂)以及液态碳氢化合物和天然气的脱硫(脱除 H₂S 和硫醇)。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6286 分子筛堆积密度测定方法
- GB/T 6287 分子筛静态水吸附测定方法
- 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
- GB/T 14563—2008 高岭土及其试验方法
- HG/T 2783 分子筛抗压碎力试验方法

3 术语

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

13X 分子筛 **molecular sieve 13X**

分子筛骨架组成中的硅铝比值 $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3} = 2.6 \sim 3.0$ ，有效孔径为 9 Å~10 Å 的分子筛。典型化学组成为 Na₂O · Al₂O₃ · (2.8±0.2)SiO₂ · (6~7)H₂O。

4 要求

4.1 条形 13X 分子筛应符合表 1 要求，同时应符合标明值。

表 1 条形 13X 分子筛的要求

项 目		d 1.5 mm~1.7 mm		d 3.0 mm~3.3 mm	
		优等品	合格品	优等品	合格品
外观		条形颗粒,无机械杂质			
静态水吸附(35℃±1℃,饱和食盐水,相对湿度75%,24h)/%	≥	26.0	24.0	26.0	24.0
磨损率/%	≤	0.10	0.50	0.20	0.60
静态 CO ₂ 吸附(吸附温度 0℃±1℃) ^a /%	≥	19.0	17.0	19.0	17.0
静态 CO ₂ 吸附(吸附温度 25℃±1℃)/%	≥	17.5	15.5	17.5	15.5
抗压 碎力	抗压碎力/(N/条)	≥	30.0	20.0	45.0
	抗压碎力相对标准偏差	≤	0.3	0.4	0.3
松装堆积密度/(g/mL)	≥	0.61	0.56	0.61	0.56
粒度	额定长度占总量百分数 ^b /%	≥	95.0	90.0	95.0
	条径变异系数	≤	0.3		
包装品含水量(550℃±10℃,1h) ^c /%	≤	1.5			
<p>^a 静态 CO₂ 吸附(吸附温度 0℃)/%项目为型式检验项目及仲裁检验方法。</p> <p>^b 1) d 1.5 mm~1.7 mm 规格的分子筛粒度为条长 1 mm~6 mm 试料占总量的质量分数; 2) d 3.0 mm~3.3 mm 规格的分子筛粒度为条长 3 mm~9 mm 试料占总量的质量分数。</p> <p>^c 包装品含水量以出厂检验为准。</p>					

4.2 球形 13X 分子筛应符合表 2 要求,同时应符合标明值。

表 2 球形 13X 分子筛的要求

项 目		d 1.6 mm~2.5 mm		d 3.0 mm~5.0 mm	
		优等品	合格品	优等品	合格品
外观		球形颗粒,无机械杂质			
静态水吸附(35℃±1℃,饱和食盐水,相对湿度75%,24h)/%	≥	26.0	24.0	26.0	24.0
磨损率/%	≤	0.10	0.50	0.10	0.50
静态 CO ₂ 吸附(吸附温度 0℃±1℃) ^a /%	≥	20.0	18.0	20.0	18.0
静态 CO ₂ 吸附(吸附温度 25℃±1℃)/%	≥	18.5	16.5	18.5	16.5
粒度/%	≥	98.0	90.0	98.0	90.0
松装堆积密度/(g/mL)	≥	0.64	0.59	0.64	0.59
抗压 碎力	抗压碎力/(N/颗)	≥	30	20	85
	抗压碎力相对标准偏差	≤	0.3		
包装品含水量(550℃±10℃,1h) ^b /%	≤	1.5			
<p>^a 静态 CO₂ 吸附(吸附温度 0℃)/%项目为型式检验项目及仲裁检验方法。</p> <p>^b 包装品含水量以出厂检验为准。</p>					

4.3 13X 分子筛原粉应符合表 3 的要求,同时应符合标明值。

表 3 13X 分子筛原粉的要求

项 目	一 等 品	合 格 品
外观	白色粉状,无机械杂质	
静态水吸附(35℃±1℃,饱和食盐水,相对湿度 75%,24 h)/%	≥ 32.5	32.0
静态 CO ₂ 吸附(吸附温度 0℃±1℃) ^a /%	≥ 27.5	26.5
静态 CO ₂ 吸附(吸附温度 25℃±1℃)/%	≥ 23.5	22.5
包装品含水量(550℃±10℃,1 h) ^b /%	≤ 22.5	23.0
pH 值	≤ 11.0	
筛余量(0.045 mm)/%	≤ 0.5	
振实堆积密度/(g/mL)	≥ 0.60	
^a 静态 CO ₂ 吸附(吸附温度 0℃)/%项目为型式检验项目及仲裁检验方法。 ^b 包装品含水量以出厂检验为准。		

5 试验方法

本标准中所用水和试剂,在没有注明规格和配制方法时,均应符合 GB/T 6682 中实验室用三级水和 GB/T 603 中试剂的规定。

5.1 外观

目视法测定。

5.2 静态水吸附的测定

按 GB/T 6287 规定进行。

5.3 磨耗率的测定

5.3.1 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×长度)36 mm×300 mm,磨样筒材质应为不锈钢,磨样筒内部粗糙度 R 3.2。

5.3.2.2 瓷坩埚(连盖):容量 150 mL。

5.3.2.3 试验筛:筛孔 0.85 mm,0.60 mm。

5.3.2.4 箱式电阻炉:最高温度 700℃,能控制在设定温度±10℃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:1.01×10³ Pa~0 Pa,1.5 级。

5.3.2.8 天平:感量 0.001 g。

5.3.3 测定

5.3.3.1 取试样约 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 g±2 g。

5.3.3.2 称量两只已在 550℃焙烧恒重的瓷坩埚质量 m_1 (准确至 0.001 g)。将两份试料分别倒入孔径为 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。

5.3.3.3 将瓷坩埚和坩埚盖(不盖在坩埚上)放入箱式电阻炉中,在 550 °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,使大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)。

5.3.3.4 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,以每分钟 25 次 \pm 1 次的转速,转动 1 000 次。

5.3.3.5 取下磨样筒,将试料用 0.60 mm 试验筛过筛后,倒回原坩埚中。按 5.3.3.3 同样方法焙烧、冷却磨后的试料。

5.3.3.6 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)。

5.3.4 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:

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

式中:

m_1 ——瓷坩埚(连盖)质量的数值,单位为克(g);

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)。

计算结果表示到小数点后两位。取两次测定的算术平均值作为测试结果。

5.3.5 允许差

磨耗率小于或等于 0.50 % 时,平行测定结果的绝对差值不大于 0.10 %;

磨耗率大于 0.50 % 时,平行测定结果的绝对差值不大于 0.15 %。

5.4 静态 CO₂ 吸附的测定

5.4.1 原理

将试料装在悬挂于石英弹簧上的载篮中,在真空条件下将试料加热再生,然后在一定的压力下,对扩散均匀的二氧化碳气体进行吸附,试料吸附增重与弹簧对应伸长呈正比关系,以垂高计测定弹簧对应伸长,计算静态二氧化碳吸附量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 二氧化碳气体,纯度 \geq 99.999 %。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 真空吸附仪,如图 1。

5.4.3.2 石英弹簧(以下简称弹簧),灵敏度 0.6 mm/mg \sim 0.8 mm/mg。

5.4.3.3 真空泵:抽气速率不小于 0.5 L/s,极限真空 1.33×10^{-1} Pa。

5.4.3.4 真空计:能测量不低于 1 Pa 真空度。

5.4.3.5 垂高计:分度值为 0.01 mm \sim 0.02 mm。

5.4.3.6 加热电炉(以下简称电炉):能自动控温,温度可达 400 °C。

5.4.3.7 试验筛:0.85 mm、1.18 mm。

5.4.3.8 干燥箱:最高温度不低于 200 °C。

5.4.3.9 干燥器:内径 150 mm 左右。

5.4.4 试样制备

5.4.4.1 将待测试料用四分法缩分至 2 g \sim 3 g。

5.4.4.2 粉状试料置于干燥箱内,在 200 °C 下焙烘 1 h 后,放在干燥器内备用。

5.4.4.3 颗粒状试料破碎过筛后取 0.85 mm \sim 1.18 mm 的粒度备用。

5.4.5 测定

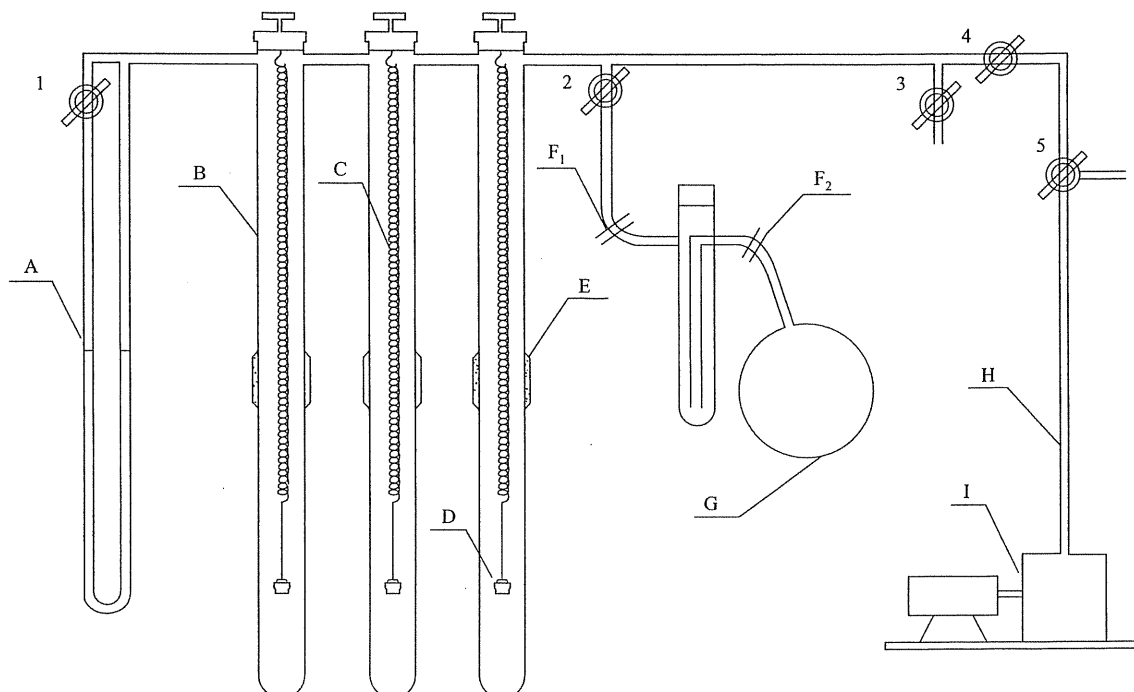
5.4.5.1 装样

取下吸附管下管,将载篮挂在弹簧上,套上吸附管下管,用垂高计读出空载篮高度(准确至 0.02 mm),此高度为 H_0 。

取下吸附管下管,将适量试料装在载篮内,套上吸附管下管。

5.4.5.2 试料再生

开启全系统真空活塞(以下简称活塞),放松螺旋夹 F_1 ,拧紧螺旋夹 F_2 。开启真空泵,缓慢旋转活塞 5,使系统切断大气与真空泵的连通,对全系统和干燥管进行抽真空。



- | | |
|------------|-------------------|
| A——U形汞压力计; | F_1, F_2 ——螺旋夹; |
| B——吸附管; | G——贮存吸附质容器; |
| C——石英弹簧; | H——真空橡皮管; |
| D——载篮; | I——真空泵。 |
| E——金属弹簧; | |

图 1 真空吸附仪示意图

吸附管外套上电炉,接通电源,渐渐升温至 $360\text{ }^\circ\text{C} \pm 10\text{ }^\circ\text{C}$,在真空条件下对试料加热再生 0.5 h,在电炉升温的同时,依次关闭活塞 2,松开螺旋夹 F_2 ,拧紧螺旋夹 F_1 。

用真空计测量系统真空度,若真空度小于 5 Pa 时,依次关闭活塞 1、活塞 3、活塞 4。开启活塞 5 至三通位置,然后停泵,停止加热,取下电炉,使吸附管温度降至室温。

5.4.5.3 吸附

吸附管外套上冰浴(或在室温 $25\text{ }^\circ\text{C}$ 下),用垂高计测量试料再生后载篮高度(准确至 0.02 mm),此高度为 H_1 。

缓慢开启活塞 2,渐渐松开螺旋夹 F_1 ,使二氧化碳气体经干燥管后扩散至吸附系统,当气体压力升至 U 形压力计汞柱两边液位差为 $250\text{ mm} \pm 5\text{ mm}$ 时,依次关闭活塞 2、螺旋夹 F_1 。

待吸附平衡,弹簧不再增长时,测出载篮高度(准确至 0.02 mm),此高度为 H_2 。

5.4.6 分析结果的表述

静态二氧化碳吸附量的质量分数 w_2 , 数值以 % 表示, 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{H_2 - H_1}{H_1 - H_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

H_0 ——空载篮高度的数值, 单位为毫米(mm);

H_1 ——试料再生后载篮高度的数值, 单位为毫米(mm);

H_2 ——试料吸附平衡时载篮高度的数值, 单位为毫米(mm)。

计算结果表示到小数点后两位。以平行测定值的算术平均值表示结果。

5.4.7 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.80 %。

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

5.6.1 松装堆积密度

按 GB/T 6286 中的规定进行测定。

5.6.2 振实堆积密度

按 GB/T 6286 中的规定进行测定。

5.7 抗压碎力的测定及相对标准偏差的计算

按 HG/T 2783 规定进行。

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, 将样品在 $550 \text{ }^\circ\text{C} \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ 箱式电阻炉内焙烧, 称量测定其焙烧失重。

5.8.2 仪器

5.8.2.1 天平、箱式电阻炉、真空干燥器、真空泵、真空表的规格同 5.3.2。

5.8.2.2 瓷坩埚(连盖), 容量 50 mL。

5.8.3 测定

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

5.8.3.2 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_5 (准确至 0.001 g)。

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

5.8.3.4 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。

5.8.3.5 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 (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_3 , 数值以 % 表示, 按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_5 - m_6}{m_5 - m_4} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_4 ——瓷坩埚(连盖)质量的数值, 单位为克(g);

m_5 ——瓷坩埚(连盖)加焙烧前试料质量的数值, 单位为克(g);

m_6 ——瓷坩埚(连盖)加焙烧后试料质量的数值, 单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。取两次平行试验的算术平均值作为测试结果。

5.8.5 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于 10 %。

5.9 13X 分子筛原粉 pH 值的测定

5.9.1 仪器

5.9.1.1 pH 计,精确至 0.1pH 单位,使用前应用标准缓冲溶液校正。

5.9.1.2 天平,感量 0.001 g。

5.9.1.3 磁力搅拌器加搅拌子。

5.9.2 测定

做两份试料的平行测定。根据室温校正 pH 计。

称取 10 g 试料(准确至 0.1 g)于 250 mL 烧杯中,加无二氧化碳的蒸馏水 100 mL,在磁力搅拌器上搅拌 5 min~10 min,用酸度计测定悬浮液 pH 值。

5.9.3 分析结果的表述

以平行测定结果的算术平均值表示结果。

5.9.4 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于 2 %。

5.10 13X 分子筛原粉筛余量的测定

按 GB/T 14563—2008 中 5.3.6 的规定进行测定。

6 检验规则

6.1 检验项目

表 1 至表 3 中静态 CO₂ 吸附(吸附温度 0 °C)/% 项目为型式检验项目及仲裁检验方法,正常生产情况下应每半年进行检测,其余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 6 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,则整批产品不合格。

6.6 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 产品用铁桶、吨袋密封包装,包装平均净含量可以为 25 kg \pm 0.25 kg、35 kg \pm 0.35 kg、40 kg \pm 0.40 kg、150 kg \pm 1.5 kg、180 kg \pm 1.8 kg,每批的平均单包装净含量不得小于 25 kg、35 kg、40 kg、150 kg、180 kg,也可由供需双方商定包装方法和规格。

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。