



中华人民共和国国家标准

GB/T 10504—2017
代替 GB/T 10504—2008

3A 分子筛

Molecular sieve 3A

2017-09-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
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
4.1 产品分类	1
4.2 条形 3A 分子筛技术要求	2
4.3 球形 3A 分子筛技术要求	2
4.4 中空玻璃用球形 3A 分子筛技术要求	3
4.5 3A 分子筛原粉技术要求	3
5 试验方法	4
5.1 外观	4
5.2 磨损率的测定	4
5.3 堆积密度的测定	5
5.4 静态水吸附量的测定	5
5.5 粒度的测定	6
5.6 抗压碎力的测定	6
5.7 静态乙烯和氮气吸附量的测定	6
5.8 动态水吸附量的测定	8
5.9 包装品含水量的测定	9
5.10 吸水速率的测定	9
5.11 温升的测定	10
5.12 落粉度的测定	12
5.13 气体解吸量的测定	12
5.14 钾交换率的测定 四苯硼酸钾重叠法	14
5.15 筛余量的测定	15
6 检验规则	15
7 包装、标识、贮存和运输	16

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 10504—2008《3A 分子筛》，与 GB/T 10504—2008 相比，主要技术变化如下：

- 提高了产品的部分主要技术要求(见第 4 章)；
- 修改了球形 3A 分子筛和中空玻璃用球形 3A 分子筛的规格(见 4.3 和 4.4)；
- 增加了中空玻璃用球形 3A 分子筛中气体解吸量、落粉度和温升的技术要求(见 4.4)；
- 删除了中空玻璃用球形 3A 分子筛中磨损率和抗压碎力的技术要求(见 4.4)；
- 修改了中空玻璃用球形 3A 分子筛中静态水吸附的测试条件(见 5.4)。

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/SC 6)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：周永贤、朱琳、朱怡、顾艳、邓琦、王鹏飞、刘昂峰。

GB/T 10504 于 1989 年首次发布，2008 年第一次修订时将 GB/T 10504—1989《3A 分子筛及其试验方法》、GB/T 10505.2—1989《3A 分子筛磨损率测定方法》、GB/T 10505.3—1989《3A 分子筛静态乙烯和氮气试验方法》、GB/T 10505.4—1989《3A 分子筛包装品含水量测定方法》合并；本次为第二次修订。

3A 分子筛

1 范围

本标准规定了 3A 分子筛的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则及包装、标识、贮存和运输。

本标准适用于 3A 分子筛原粉、球形和条形产品,其主要用途为化工、石油、天然气、中空玻璃、医药等工业用干燥剂。

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—2008 包装储运图示标志

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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8770 分子筛动态水吸附测定方法

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

HG/T 2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

3A 分子筛 **molecular sieve 3A**

A 型分子筛晶体结构、有效孔径约为 3Å 的钾钠型分子筛。

注 1: 由 4A 分子筛经钾离子交换工艺处理后得到。

注 2: 晶体结构可通过 X 射线衍射法判定。

注 3: 1 Å=0.1 nm。

分子式为: $XK_2O \cdot YNa_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 9/2H_2O (X+Y=1)$

硅铝比: $\frac{M(SiO_2)}{M(Al_2O_3)} \approx 2$

4 技术要求

4.1 产品分类

根据不同用途和外形,将 3A 分子筛分为条形、球形、中空玻璃用球形、原粉四类,其中条形、球形、

中空玻璃用球形按直径分为不同规格。

4.2 条形 3A 分子筛技术要求

条形 3A 分子筛应符合表 1 要求,同时应符合标明值。

表 1 条形 3A 分子筛技术要求

项目		$d(1.5\text{ mm}\sim 1.7\text{ mm})$		$d(3.0\text{ mm}\sim 3.3\text{ mm})$		
		优等品	合格品	优等品	合格品	
外观		米白色、米黄色或土红色条形颗粒,无机械杂质				
磨耗率/%	\leq	0.20	0.40	0.20	0.40	
松装堆积密度/(g/mL)	\geq	0.60				
静态水吸附量[75% RH,(35±1)°C]/%	\geq	21.0	19.5	21.0	19.5	
粒度 ^a /%	\geq	98	92	98	92	
抗压碎力	径向抗压碎力均值/N	\geq	40.0	30.0	90.0	70.0
	抗压碎力相对标准偏差	\leq	0.3			
静态乙烯吸附量/(mg/g)	\leq	3.0				
动态水吸附量/%	\geq	15.0				
包装品含水量 ^b /%	\leq	1.5				
注： d 指产品粒径。						
^a 对于 $d(1.5\text{ mm}\sim 1.7\text{ mm})$ 的产品,粒度指条长 1 mm~10 mm 试样占总量的百分数;对于 $d(3.0\text{ mm}\sim 3.3\text{ mm})$ 的产品,粒度指条长 3 mm~12 mm 试样占总量的百分数。						
^b 包装品含水量以出厂检验数据为准。						

4.3 球形 3A 分子筛技术要求

球形 3A 分子筛应符合表 2 要求,同时应符合标明值。

表 2 球形 3A 分子筛技术要求

项目		$d(1.6\text{ mm}\sim 2.5\text{ mm})$		$d(3.0\text{ mm}\sim 5.0\text{ mm})$		
		优等品	合格品	优等品	合格品	
外观		米白色、米黄色或土红色球形颗粒,无机械杂质				
磨耗率/%	\leq	0.20	0.40	0.20	0.40	
松装堆积密度/(g/mL)	\geq	0.65				
静态水吸附量[75%RH,(35±1)°C]/%	\geq	21.0	19.5	21.0	19.5	
粒度/%	\geq	98	96	98	96	
抗压碎力	抗压碎力均值/N	\geq	35.0	30.0	100.0	80.0
	抗压碎力相对标准偏差	\leq	0.3			
静态乙烯吸附量/(mg/g)	\leq	3.0				

表 2 (续)

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
动态水吸附量/%	≥	10.0			
包装品含水量 ^a /%	≤	1.5			
^a 包装品含水量以出厂检验数据为准。					

4.4 中空玻璃用球形 3A 分子筛技术要求

中空玻璃用球形 3A 分子筛应符合表 3 要求,同时应符合标明值。

表 3 中空玻璃用球形 3A 分子筛技术要求

项目		d (0.5 mm~0.9 mm)		d (0.9 mm~1.4 mm)		d (1.4 mm~2.0 mm)	
		优等品	合格品	优等品	合格品	优等品	合格品
外观		米白色、米黄色或土红色球形颗粒,无机械杂质					
松装堆积密度/(g/mL)	≥	0.70					
静态水吸附量[10%RH,(25±1)℃]/%	≥	16.0	15.0	16.0	15.0	16.0	15.0
粒度/%	≥	93	88	96	95	90	89
静态氮气吸附量/(mg/g)	≤	2.0					
包装品含水量 ^a /%	≤	1.5					
吸水速率/%	≤	0.5	0.7	0.5		0.5	
气体解吸量/(mL/g)	≤	0.3					
温升/℃	≥	40.0	35.0	40.0	35.0	40.0	35.0
落粉度/(mg/g)	≤	0.01	0.04	0.01	0.04	0.01	0.04
注:特殊的规格由供需双方协商。							
^a 包装品含水量以出厂检验为准。							

4.5 3A 分子筛原粉技术要求

3A 分子筛原粉应符合表 4 要求,同时应符合标明值。

表 4 3A 分子筛原粉技术要求

项目		合格品
外观		白色粉状,无机械杂质
钾交换率/%	≥	40.0
振实堆积密度/(g/mL)	≥	0.60
静态水吸附量[75%RH,(35±1)℃]/%	≥	24.5
筛余量/%	≤	1.0

表 4 (续)

项目	合格品
包装品含水量 ^a /%	≤ 20.0
注: 特殊的规格由供需双方协商。	
^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,测定粉化百分率,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:最高温度 700 °C,能控制在设定温度 ± 10 °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: 1.01×10^3 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 取样约 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 ± 2)g。

5.2.3.2 称量两只已在 550 °C 焙烧恒重的瓷坩埚(连盖)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,转移至两只已知质量的瓷坩埚中。

5.2.3.3 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(连盖)立即称量 m_2 (准确至 0.001 g)。

5.2.3.4 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 (25 ± 1) r/min 的转速,转动 1 000 r。

5.2.3.5 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 5.2.3.3 同样方法焙烧、冷却磨后的试料。

5.2.3.6 称量瓷坩埚(连盖)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 ω_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

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定结果。

5.2.5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.10%。

5.3 堆积密度的测定

按 GB/T 6286 中的规定进行测定。

5.4 静态水吸附量的测定

5.4.1 静态水吸附量[75%RH,(35±1)℃]的测定

按 GB/T 6287 中的规定进行测定。

5.4.2 静态水吸附量[10%RH,(25±1)℃]的测定

5.4.2.1 原理

将一定量的试料焙烧后,置于盛有饱和氯化锂溶液的密闭容器内,在规定的温度和时间下吸附水汽。称量,计算静态水吸附量。

5.4.2.2 试剂和材料

饱和氯化锂溶液。

5.4.2.3 仪器和设备

5.4.2.3.1 箱式电阻炉:最高温度 700℃,能控制在设定温度±10℃内。

5.4.2.3.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.4.2.3.3 真空表:1.01×10⁵ Pa~0 Pa,1.5 级。

5.4.2.3.4 真空干燥器:内径 150 mm 左右。

5.4.2.3.5 真空泵:抽气速率不小于 0.5 L/s。

5.4.2.3.6 瓷坩埚(连盖):容量 20 mL。

5.4.2.3.7 称量瓶:内径 40 mm,高 20 mm 左右。

5.4.2.4 测定

5.4.2.4.1 称取约 1.5 g 试料两份(准确至 0.1 g),置于两只瓷坩埚中。

5.4.2.4.2 将盛有试料的瓷坩埚放入箱式电阻炉内,在 550℃焙烧 1 h。

5.4.2.4.3 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。

5.4.2.4.4 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。

5.4.2.4.5 取出两只称量瓶称量 m_4 (准确至 0.1 mg)。将每个瓷坩埚内的试料快速倒入两个称量瓶内,盖上称量瓶盖并称量 m_5 (准确至 0.1 mg)。

5.4.2.4.6 轻轻摇动称量瓶内的试料,使试料铺成均匀的一层,然后打开称量瓶盖,置于盛有饱和氯化锂溶液(5.4.2.2)的干燥器中。

5.4.2.4.7 干燥器放在温度控制为 $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的环境中,恒温吸附 72 h。打开干燥器盖,立即盖上称量瓶盖,取出称量瓶,称量 m_6 (准确至 0.1 mg)。

5.4.2.5 分析结果的表述

静态水吸附量 $[10\% \text{RH}, (25 \pm 1)^\circ\text{C}]w_2$,数值以 % 表示,按式(2)计算:

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

式中:

m_4 ——称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_5 ——称量瓶加焙烧后试料质量的数值,单位为克(g);

m_6 ——称量瓶加吸水后试料质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定的算术平均值作为测定结果。

5.4.2.6 允许差

平行测定值的相对偏差不大于 1.5%。

不同实验室测定值相对偏差不大于 2.0%。

5.5 粒度的测定

按 GB/T 6288 中的规定进行测定。

5.6 抗压碎力的测定

按 HG/T 2783 中的规定进行测定。

5.7 静态乙烯和氮气吸附量的测定

5.7.1 原理

将试料装在悬挂在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,对扩散均匀的乙烯或氮气进行吸附,试料吸附增重与弹簧对应伸长呈正比线性关系,以垂高计测定弹簧对应伸长,计算静态乙烯或氮气吸附量。

5.7.2 试剂和材料

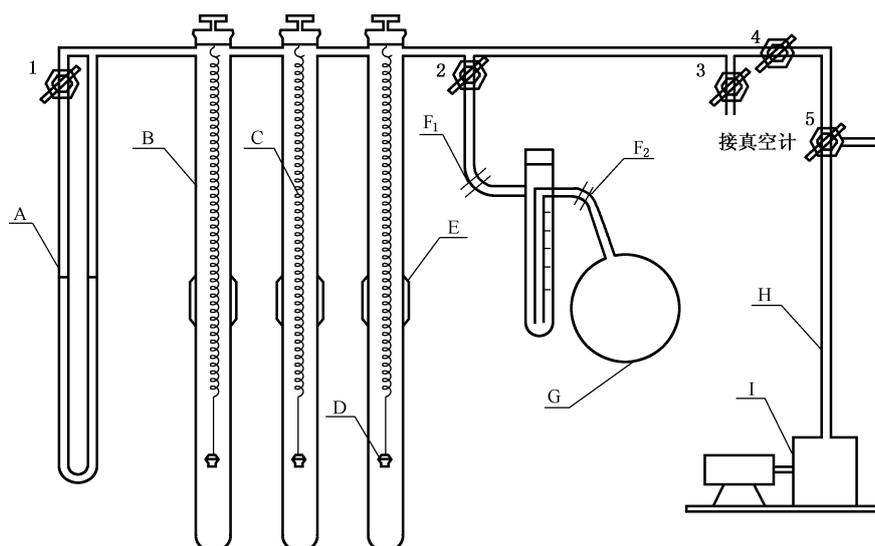
5.7.2.1 聚合级乙烯。

5.7.2.2 氮气。

5.7.3 仪器和设备

5.7.3.1 真空吸附仪,见图 1。





说明：

- A —— U形汞压力计；
 B —— 吸附管；
 C —— 石英弹簧；
 D —— 载篮；
 E —— 金属弹簧；
 F₁、F₂ —— 螺旋夹；
 G —— 贮存吸附质容器；
 H —— 真空橡皮管；
 I —— 真空泵；
 1、2、3、4、5 —— 活塞。

图 1 真空吸附仪示意图

5.7.3.2 石英弹簧(以下简称弹簧),灵敏度 0.6 mm/mg~0.8 mm/mg。

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

5.7.3.4 真空计:能测量不低于 1.33×10^{-1} Pa 真空度。

5.7.3.5 垂高计:分度为 0.01 mm~0.02 mm。

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

5.7.3.7 试验筛:0.85 mm、1.18 mm。

5.7.4 试样制备

5.7.4.1 将待测试样用四分法缩分至 2 g~3 g。

5.7.4.2 将试样破碎过筛后取 0.85 mm~1.18 mm 的粒度备用。

注:对于中空玻璃用球形 3A 分子筛 d (0.5 mm~0.9 mm)的试样,不进行 5.7.4.2 的操作。

5.7.5 测定

5.7.5.1 装样

5.7.5.1.1 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 。

5.7.5.1.2 取下吸附管下管,将适量试料装在载篮内,套上吸附管下管。

5.7.5.2 试料再生

5.7.5.2.1 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。

5.7.5.2.2 吸附管外套上电炉,接通电源,渐渐升温至 $(360 \pm 10)^\circ\text{C}$,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 。

5.7.5.2.3 用真空计测量系统真空度,若真空度小于 $6.7 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ 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。

5.7.5.3 吸附

5.7.5.3.1 吸附管外套上冰浴,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 。

5.7.5.3.2 缓慢开启活塞 2,渐渐松开螺旋夹 F_1 ,使乙烯或氮气经干燥管后扩散至吸附系统,当气体压力升至 $1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$ 时,依次关闭活塞 2,螺旋夹 F_1 ,气体压力由 U 型汞压力计读出。

5.7.5.3.3 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 。

5.7.5.3.4 取下吸附管,取下载篮,倒净载篮内的试料后,将载篮再悬挂在弹簧上,测定气压小于 1.33 Pa 时与 $1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$ 时空载篮的高度差(准确至 0.02 mm),此高度差为 H_3 。

5.7.6 分析结果的表述

试料浮力校正值 H_4 ,数值以 mm 表示,按式(3)计算:

$$H_4 = d \times (H_1 - H_0 - H_3) \div 2\ 000 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

d ——压力 $1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$ 时吸附气体的密度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

H_1 ——试料再生后载篮高度的数值,单位为毫米(mm);

H_0 ——气压 $1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$ 时空载篮高度的数值,单位为毫米(mm);

H_3 ——气压小于 1.33 Pa 时与气压 $1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$ 时空载篮的高度差的数值,单位为毫米(mm);

2 000——分子筛真密度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL)。

静态乙烯和氮气吸附量 X_1 ,数值以 mg/g 表示,按式(4)计算:

$$X_1 = \frac{H_2 - (H_1 - H_3 - H_4)}{(H_1 - H_3 - H_4) - H_0} \times 1\ 000 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

H_0 ——气压 $1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$ 时空载篮高度的数值,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);

H_3 ——气压小于 1.33 Pa 时与气压 $1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$ 时空载篮的高度差的数值,单位为毫米(mm);

H_4 ——试料浮力校正值的数值,单位为毫米(mm)。

注:吸附量的计算根据虎克定律 $m = Hf$ (式中, m 为质量, H 为吸附高度, f 为系数,其吸附高度每增加 1 mm,吸附量增加 1 g)。

取两次平行测定的算术平均值作为测定结果。

5.7.7 允许差

平行测定值的绝对差值不大于 1.0 mg/g。

5.8 动态水吸附量的测定

按 GB/T 8770 中的规定进行测定。

5.9 包装品含水量的测定

5.9.1 原理

按规定自包装桶内取样,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。

5.9.2 仪器和设备

5.9.2.1 天平:感量 0.001 g。

5.9.2.2 瓷坩埚(连盖):容量 50 mL。

5.9.2.3 箱式电阻炉:最高温度 700°C ,能控制在设定温度 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ 内。

5.9.2.4 真空干燥器:内径 150 mm。

5.9.2.5 真空泵:抽气速率不小于 0.5 L/s。

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

5.9.3 测定

5.9.3.1 称量已于 $(550\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 焙烧恒重的瓷坩埚(连盖)的质量 m_7 (准确至 0.001 g)。

5.9.3.2 用采样器将自包装容器中心插入桶 3/4 处采取的试样(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_8 (准确至 0.001 g)。

5.9.3.3 将瓷坩埚及坩埚盖(不盖在坩埚上)置于箱式电阻炉内,在 550°C 焙烧 1 h。

5.9.3.4 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。

5.9.3.5 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(连盖)立即称量 m_9 (准确至 0.001 g)。

5.9.4 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(5)计算:

$$w_3 = \frac{m_8 - m_9}{m_8 - m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_7 ——瓷坩埚(连盖)质量的数值,单位为克(g);

m_8 ——瓷坩埚(连盖)加焙烧前试料质量的数值,单位为克(g);

m_9 ——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。取两次平行测定的算术平均值作为测定结果。

5.9.5 允许差

平行测定值的相对偏差不大于 10%。

5.10 吸水速率的测定

5.10.1 要求

方法中所用的试剂、制品、仪器、设备及试验方法在没有注明其他要求时,均按照 GB/T 6287 规定进行试验。

5.10.2 测定

5.10.2.1 称取约 1.5 g 试料两份(准确至 0.1 mg),置于两只瓷坩埚中。

5.10.2.2 将盛有试料的瓷坩埚放入箱式电阻炉内,在 550 °C 焙烧 1 h。

5.10.2.3 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。

5.10.2.4 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。

5.10.2.5 取出两只称量瓶,将每个瓷坩埚内的试料快速倒入两个称量瓶内,盖上称量瓶盖并称量 m_{10} (准确至 0.1 mg)。

5.10.2.6 轻轻摇动称量瓶内的试料,使试料铺成均匀的一层,然后打开称量瓶盖,置于盛有饱和氯化钠溶液的干燥器中。

5.10.2.7 干燥器放在温度控制为 $(35 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的环境中,恒温吸附 0.5 h。打开干燥器盖,立即盖上称量瓶盖,取出称量瓶,称量 m_{11} (准确至 0.1 mg)。将试料立即重新放入干燥器中,恒温吸附至 24 h,取出后立即盖上称量瓶盖,称量 m_{12} (准确至 0.1 mg)。

5.10.3 分析结果的表述

吸水速率 w_v ,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_v = \frac{m_{11} - m_{10}}{m_{12} - m_{10}} \div 30 \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_{10} ——称量瓶加焙烧后试料质量的数值,单位为克(g);

m_{11} ——称量瓶加试料吸附 0.5 h 时质量的数值,单位为克(g);

m_{12} ——称量瓶加试料吸附 24 h 时质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。取两次平行测定的算术平均值作为测定结果。

5.10.4 允许差

平行测定值的相对偏差不大于 1.5%。

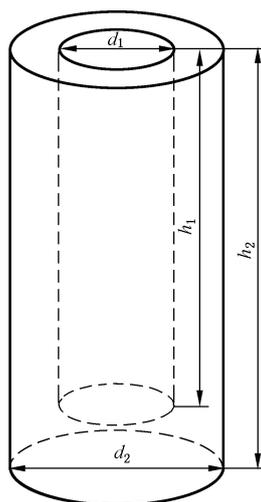
5.11 温升的测定

5.11.1 原理

量取相同比例的试料与水,将水加入到试料中,测定水的温度变化。

5.11.2 仪器和设备

5.11.2.1 测试容器:聚四氟乙烯材料,如图 2 所示。



说明：

$d_1 = 30 \text{ mm}$ ；

$d_2 = 55 \text{ mm}$ ；

$h_1 = 95 \text{ mm}$ ；

$h_2 = 110 \text{ mm}$ 。

图2 测试容器示意图

5.11.2.2 测试容器瓶盖：盖子中间带有小孔，小孔尺寸与温度计外径一致。

5.11.2.3 量筒：量程为 50 mL。

5.11.2.4 电子天平：感量 0.1 g。

5.11.2.5 温度计：量程为 $0 \text{ }^\circ\text{C} \sim 100 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.11.3 测定

5.11.3.1 将清洁的测试容器、瓶盖、去离子水和包装完好的待测试料置于特定测试区域 1 h，记录此时环境温度为 T_1 。将温度计预先从盖子中间的小孔穿过。

5.11.3.2 快速打开待测试料包装袋，立即称取 20 g（准确至 0.1 g）待测试料，将试料全部置入测试容器内。

5.11.3.3 量取 20 mL 去离子水，并快速注入测试容器内。

5.11.3.4 立即盖上带有温度计的瓶盖，调整温度计探头底部位置，使之位于物料高度的中间处，盖紧瓶盖。

5.11.3.5 轻轻摇晃测试容器 10 次，静置片刻后，记录温度计显示的最大值为 T_2 。

5.11.4 分析结果的表述

温升 ΔT ，数值以 $^\circ\text{C}$ 表示，按式(7)计算：

$$\Delta T = T_2 - T_1 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

T_1 ——环境温度的数值，单位为摄氏度($^\circ\text{C}$)；

T_2 ——去离子水与试料混合后的最高温度的数值，单位为摄氏度($^\circ\text{C}$)。

计算结果表示到小数点后一位。取两次平行测定的算术平均值作为测定结果。

5.11.5 允许差

平行测定值的相对偏差不大于 0.30%。



5.12 落粉度的测定

5.12.1 原理

用有机溶剂冲洗试料,筛余液用滤纸过滤,将带有浮灰的滤纸烘干、称量。

5.12.2 试剂和材料

异辛烷。

5.12.3 仪器和设备

5.12.3.1 烧杯:500 mL。

5.12.3.2 真空干燥器:内径 150 mm±50 mm。

5.12.3.3 真空干燥箱:最高温度 250 °C,能控制在设定温度±5 °C内。

5.12.3.4 标准筛:0.15 mm。

5.12.3.5 电子天平:感量 0.001 g。

5.12.4 测定

5.12.4.1 将滤纸置于洁净容器内,放入(90±5)°C的干燥箱内,0.5 h后取出,冷却 0.5 h后称量 m_{13} (准确至 0.001 g)。

5.12.4.2 称取试料 100 g(准确至 1 g),置于装有 200 mL 异辛烷溶液的烧杯中,顺时针轻轻摇晃烧杯约 20 次。

5.12.4.3 将溶液和试料用标准筛分离,并用异辛烷冲洗样品 2 次~3 次。

5.12.4.4 筛余液用滤纸过滤,将带有浮灰的滤纸置于(90±5)°C的真空干燥箱内 0.5 h后取出,冷却 0.5 h后称量 m_{14} (准确至 0.001 g)。

5.12.5 分析结果的表述

落粉度 X_2 ,数值以 mg/g 表示,按式(8)计算:

$$X_2 = \frac{m_{14} - m_{13}}{100} \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m_{13} ——滤纸质量的数值,单位为毫克(mg);

m_{14} ——浮灰和滤纸的质量的数值,单位为毫克(mg);

100——样品质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。取两次平行测定的算术平均值作为测定结果。

5.12.6 允许差

平行测定值的绝对偏差不大于 0.01 mg/g。

5.13 气体解吸量的测定

5.13.1 原理

将一定体积的试料加热至 70 °C,通过测量滴定管中液体体积变化,计算得到气体解吸量。

5.13.2 仪器和设备

5.13.2.1 瓷坩埚(连盖):容量 100 mL。

- 5.13.2.2 箱式电阻炉:最高温度 700 °C,能控制在设定温度±10 °C内。
- 5.13.2.3 真空干燥箱:内径 150 mm。
- 5.13.2.4 真空泵:抽气速率不小于 0.5 L/s。
- 5.13.2.5 真空表: 1.01×10^3 Pa~0 Pa,1.5 级。
- 5.13.2.6 恒温水浴锅:能保持水温(70±3)°C。
- 5.13.2.7 滴定管:最大刻度为 100 mL。
- 5.13.2.8 烧杯:1 000 mL。
- 5.13.2.9 连接管。
- 5.13.2.10 铁架台、固定夹。
- 5.13.2.11 容量瓶:容量 250 mL,带有可与连接管相连的连接器。
- 5.13.2.12 洗耳球。

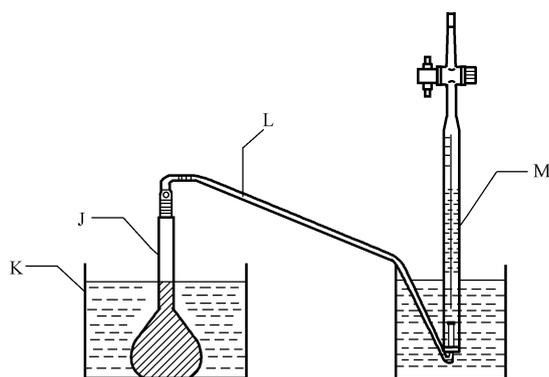
5.13.3 测定

5.13.3.1 样品制备

- 5.13.3.1.1 称取试料(须大于 250 mL)置于瓷坩埚中,将瓷坩埚及坩埚盖(不盖在坩埚上)置于箱式电阻炉内,在 550 °C 焙烧 2 h。
- 5.13.3.1.2 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。
- 5.13.3.1.3 将试料置于盛有活性干燥剂的干燥器内静置 24 h,控制此时环境温度为(25±2)°C。

5.13.3.2 样品解吸

- 5.13.3.2.1 按图 3 所示,将 100 mL 滴定管倒置,并将开口端置于 1 000 mL 烧杯的水面下,用铁架台将其固定。



说明:

- K —— 恒温水浴锅;
- J —— 容量瓶;
- L —— 连接管;
- M —— 滴定管。

图 3 气体解吸装置示意图

- 5.13.3.2.2 用洗耳球将水吸入滴定管至 100 mL 刻度处,并关紧滴定管。
- 5.13.3.2.3 在容量瓶中装入试料并轻轻摇晃,直至试料达到刻度线。重复此动作,直至样品体积无变化,记录此时容量瓶内试料的质量 W 。

5.13.3.2.4 用连接管通过滴定管浸入水面的一端连接至滴定管未浸入水面的一端及容量瓶。

5.13.3.2.5 将容量瓶置于已加热至 70 °C 的水浴中,使刻度线与水面处于同一水平位置。

5.13.3.2.6 保持温度不变 4 h,读取滴定管中液面的最终读数,记为 V_{H_2O} 。

5.13.4 分析结果的表述

气体解吸量 V_{gas} ,数值以 mL/g 表示,按式(9)计算:

$$V_{gas} = \frac{100 - V_{H_2O}}{W} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

100 ——滴定管总体积的数值,单位为毫升(mL);

V_{H_2O} ——滴定管中液面的最终读数,单位为毫升(mL);

W ——250 mL 容量瓶内样品的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。取两次平行测定的算术平均值作为测定结果。

5.13.5 允许差

平行测定值的相对偏差不大于 10.0%。

5.14 钾交换率的测定 四苯硼酸钾重叠法

本方法中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应按 HG/T 2843 的规定进行。

5.14.1 原理

钾与四苯硼酸钠反应生成四苯硼酸钾沉淀,过滤、干燥后称量。

5.14.2 试剂和材料

5.14.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.14.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:40 g/L。

5.14.2.3 四苯硼酸钠溶液:15 g/L。

5.14.2.4 四苯硼酸钠洗涤液:1.5 g/L。

5.14.3 仪器

5.14.3.1 通常实验室用仪器。

5.14.3.2 玻璃实验室烧结(多孔)过滤器:4号,30 mL。

5.14.3.3 干燥箱:可控制温度在(120±5)°C。

5.14.4 测定

5.14.4.1 称取试料 m_{15} 1.5 g~2 g(准确至 0.001 g),置于 250 mL 三角瓶中,滴加盐酸溶液至试料溶解,加入 100 mL 水,定量转移到 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,过滤,弃去最初几毫升滤液,保留滤液供测定氧化钾含量用。

5.14.4.2 准确吸取 25.0 mL 滤液到 200 mL 烧杯中,用水稀释至约 50 mL,加入 10 mL EDTA 溶液。加热煮沸 15 min,注意不能蒸干,如试液太少可加入适量水,然后在水流下迅速冷却至室温,在不断搅拌下,缓慢滴加四苯硼酸钠溶液 30 mL,继续搅拌 1 min,静置 15 min。

5.14.4.3 通过预先在(120±5)°C干燥箱中恒重的玻璃实验室烧结(多孔)过滤器,用倾泻法过滤烧杯中

上层清液,然后用盛在洗瓶内的四苯硼酸钠洗涤液将烧杯内的沉淀转移至滤器内抽滤(每次约用洗涤液 5 mL,洗涤 5 次~7 次),最后用水洗涤烧杯两次,每次用水 5 mL,均并入滤器内抽滤完毕。

5.14.4.4 将盛有沉淀的滤器置于干燥箱中,待温度达到 $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$ 后干燥 90 min,移入干燥器内冷却至室温,称量 m_{16} (准确至 0.001 g)。

5.14.5 空白试验

在测定的同时,除不加试料外,按同样的操作步骤,同样试剂、溶液和用量,进行空白试验测定。记录空白试验所得四苯硼酸钾沉淀的质量 m_{17} 。

5.14.6 分析结果的表述

钾交换率 w_4 ,数值以%表示,按式(10)计算:

$$w_4 = \frac{(m_{16} - m_{17}) \times 0.1314}{m_{15} \times 25/250} \times 100 \times (284/94) = \frac{(m_{16} - m_{17}) \times 397.0}{m_{15}} \dots\dots\dots(10)$$

式中:

- m_{15} ——试料质量的数值,单位为克(g);
- m_{16} ——四苯硼酸钾沉淀质量的数值,单位为克(g);
- m_{17} ——空白试验所得四苯硼酸钾沉淀质量的数值,单位为克(g);
- 0.1314 ——四苯硼酸钾换算为氧化钾质量的系数的数值;
- 284 ——4A 分子筛的分子量的数值;
- 94 ——氧化钾分子量的数值;
- 25 ——吸取试样溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- 250 ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定的算术平均值作为测定结果。

5.14.7 允许差

- 平行测定值的绝对差值应不大于 0.39%;
- 不同实验室测定值的绝对差值应不大于 0.73%。

5.15 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 检验项目分类

表 1~表 4 中所有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,用户按接收批检验。

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,也应判整批产品不合格。

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,证明书包括下列内容:生产厂名称、产品名称、规格、等级、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—2008 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。