

精细化工产品 分析方法手册

● 郑淳之 主编 ● 尹德胜 梅 建 副主编



化学工业出版社

精细化工产品分析方法手册

郑淳之 主编
尹德胜 梅建 副主编

化学工业出版社
·北京·

(京)新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

精细化工产品分析方法手册/郑淳之主编. —北京:
化学工业出版社, 2001.11
ISBN 7-5025-3457-1

I. 精… II. 郑… III. 精细化工-化工产品-工
业分析-技术手册 IV. TQ075-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2001) 第 077447 号

精细化工产品分析方法手册

郑淳之 主编

尹德胜 梅 建 副主编

责任编辑: 任惠敏

责任校对: 陶燕华

封面设计: 于 兵

*

化学工业出版社出版发行

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64982530

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

北京市彩桥印刷厂印刷

三河市东柳装订厂装订

开本 787×1092 毫米 1/16 印张 29 字数 975 千字

2002 年 3 月第 1 版 2002 年 3 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-3457-1/TQ·1434

定 价: 68.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

前 言

本手册选编了以下七类精细化工产品最新的分析方法：

分子筛 包括 3A、4A、5A、13X 分子筛的分析方法及分子筛通用的分析方法。

电子工业用化工产品 包括电子工业用化学气体等产品的分析方法。

催化剂 包括合成氨类、制酸类、甲烷化类、醇类以及转化类等催化剂的分析方法及催化剂产品通用的分析方法。

表面活性剂 包括乳化剂、分散剂、净洗剂、防水整理剂、渗透剂等产品的分析方法及表面活性剂通用的分析方法。

感光化学品 仅选编了照相级化学药品及 PS 版的分析、检验方法。

饲料添加剂 仅选编了部分常用产品分析方法。

食品添加剂 仅选编了部分常用产品分析方法。

为方便读者使用，在附录部分，列有与产品分析方法配套的通用试验方法及标准滴定溶液的配制、标定等方法。

在编写中，我们力求选用先进、可靠和实用的分析方法，并按照规范化、标准化的要求进行编写。

本手册可供化工、石油化工、电子工业、饲料工业、食品工业、纺织工业等部门、单位的工程技术人员和管理人员使用与参阅；也供从事精细化学品研究开发、生产、教学等单位人员使用与参阅。

由于水平所限，书中难免有不足之处，敬请广大读者指正。

参加本书编写的人员还有：李顺平、王小兵、李晓静、魏丽华。

精细化工产品分析方法手册编写组

2001 年 9 月

总 则

本书中所列的分析方法，均系可靠实用的标准分析方法。为便于广大读者使用，我们特将这些分析方法的共同事项列在此。

1. 关于实验用水

分析方法中，除非另有说明，所用水均指符合国家标准“分析实验室用水规格及试验方法”（见本书附录Ⅺ）中所规定的三级水。

2. 关于试剂

（1）分析方法中，除非另有说明，所用试剂均为分析纯试剂。

（2）在分析方法中，所用试剂凡未注明浓度或纯度者，均指市售试剂。如：“盐酸”，即指市售的分析纯浓盐酸（ $\rho 1.19 \text{ kg/L}$ ）；“无水碳酸钠”，即指市售的分析纯无水碳酸钠（ Na_2CO_3 ）。

3. 关于溶液（不包括标准滴定溶液和其他标准溶液）

（1）在所列出的试剂和材料中，凡是对溶剂不作专门说明的溶液，按惯例就是水溶液（即溶剂为水）。

（2）如果所列的溶液的浓度是以质量分数（ w ）表示的，如“铬酸钾：5%溶液”，则在该条后不再注明是以质量分数表示的。

（3）如果所列的溶液（或材料）是以体积分数（ φ ）表示的，则在该条后注明是以体积分数表示的。

（4）如果溶液浓度以“ $V_1 + V_2$ ”表示，系指将体积为 V_1 的特定溶液加到体积为 V_2 的溶剂中。如：1+1 盐酸溶液。

4. 关于标准滴定溶液

（1）定义 确定了准确浓度的、用于滴定分析的溶液。

（2）浓度表示方法 这些溶液的浓度均应表示为物质的量 [单位为摩尔] 浓度 [单位为 mol/m^3 或 mol/L]。浓度可用整数表示（如 2 mol/m^3 , 1 mol/L ），或用小数表示（如 0.06 mol/m^3 , 0.1 mol/L ）。某些情况下，溶液的浓度也可表示为质量浓度，如浓度单位可用克每毫升表示。

物质 B 的物质的量浓度（符号为 c_B ）的定义为：物质 B 的物质的量除以混合物的体积。

物质的量的国际单位制基本单位是摩尔，其定义如下：

摩尔是一系统的物质的量，该系统中所包含的基本单元数与 0.012 千克 C_{12} 的原子数目相等。在使用摩尔时，基本单元应予指明，可以是原子、分子、离子、电子及其他粒子，或是这些粒子的特定组合。

因此，在使用物质的量浓度时必须指明基本单元。例如： $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0.1 \text{ mol/L}$ ； $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right) = 0.1 \text{ mol/L}$ 等。

在分析方法中所用的标准滴定溶液，凡未注明配制及标定方法的，均系已有了有关的标准方法，请见本书附录 I。

5. 关于标准溶液

（1）定义 由用于制备溶液的物质而准确知道某种元素、离子、化合物或基团浓度的溶液。

(2) 浓度表示方法 这些溶液的浓度均应用克每升或其分倍数表示。

这些溶液应用于化学分析中检定某种物质含量而用。

分析方法中所用的标准溶液，凡未注明配制方法的，均系已有了有关的标准方法，请见本书附录Ⅱ。

6. 关于缓冲溶液

缓冲溶液配制后，应用酸度计进行校核，或用精密 pH 试纸试验，并进行适当调整，使之达到所规定的 pH 值。

7. 关于指示剂

分析方法中凡未注明所用指示剂（液）配制方法的，均系已有标准方法，请见本书附录Ⅲ。

8. 关于仪器和设备

方法中仅列出试验中所用的主要仪器和设备的名称和主要特性，一般实验室用仪器和设备不一一列出。

试验所用分析天平、玻璃量器等，均应按各自的计量检定规程定期校准。

目 录

第一章 分子筛..... 1	软磁铁氧体用氧化锌 90
第一节 分子筛通用分析方法..... 1	软磁铁氧体用四氧化三锰 95
分子筛动态水吸附测定方法..... 1	第三章 催化剂..... 103
分子筛静态水吸附测定方法..... 2	第一节 催化剂通用分析方法..... 103
分子筛堆积密度测定方法..... 3	催化剂磨耗率测定方法..... 103
粒状分子筛粒度测定方法..... 4	催化剂颗粒抗压碎力的测定方法..... 103
分子筛抗压碎力试验方法..... 6	催化剂中微量硫分析方法..... 104
沸石分子筛动态二氧化碳吸附的测定方法..... 7	催化剂中微量氯分析方法..... 107
制冷系统用分子筛干燥剂抗磨耗性能的试验方法 10	催化剂灼烧失量分析方法..... 109
第二节 分子筛产品技术要求及检验方法 11	催化剂水分分析方法..... 109
3A 分子筛..... 11	第二节 脱毒类催化剂..... 110
4A 分子筛..... 15	有机硫加氢催化剂..... 110
5A 分子筛..... 17	有机硫加氢催化剂试验方法..... 110
13X 分子筛 19	有机硫加氢催化剂活性组分分析方法..... 113
第二章 电子工业用化工产品 22	氧化锌脱硫剂..... 114
第一节 电子工业用化学气体 22	氧化锌脱硫剂试验方法..... 115
三氯化硼 22	氧化锌脱硫剂化学成分分析方法..... 119
氯化氢 33	第三节 转化类催化剂..... 120
氧 37	天然气一段转化催化剂系列产品..... 120
一氧化二氮 42	天然气二段转化催化剂系列产品..... 121
高纯氮 44	天然气二段转化热保护剂..... 122
磷化氢 45	天然气一、二段转化催化剂试验方法..... 123
硅烷 50	天然气转化催化剂化学成分分析方法..... 127
第二节 与电子工业用化学气体有关的气体	轻油蒸汽转化催化剂化学成分分析方法..... 131
通用分析方法 53	第四节 变换类催化剂..... 140
气体中微量水分的测定——电解法 53	B 107, B 107-1, B 108, B 109 型一氧化碳
气体中微量水分的测定——露点法 55	高温变换催化剂 140
气体中一氧化碳、二氧化碳和甲烷的测定——气相色谱法 60	B 110-2 型一氧化碳高温变换催化剂 140
气体中总烃的测定——火焰离子化检测法 61	B 111 型一氧化碳高温变换催化剂 140
气体中微量氧的测定——比色法 61	B 112 型一氧化碳高温变换催化剂 141
气体中微量氧的测定——电化学法 65	B 113 型一氧化碳高温变换催化剂 141
气体中微量氢的测定——气相色谱法 66	B 202 型低温变换催化剂 142
高纯氩中微量氮的测定——电子迁移气相色谱法 67	一氧化碳耐硫变换催化剂..... 145
第三节 其他电子工业用化工产品 68	一氧化碳高温变换催化剂试验方法..... 145
电子工业用高纯钛酸钡 68	一氧化碳高温变换催化剂化学成分的测定 149
电子工业用粒状一氧化铅 73	一氧化碳耐硫变换催化剂试验方法..... 154
电子工业用水合锑酸钠 75	一氧化碳耐硫变换催化剂中钴钼含量的测定..... 157
软磁铁氧体用氧化镁 81	第五节 甲烷化类催化剂..... 159
软磁铁氧体用碳酸锰 85	甲烷化催化剂..... 159
	甲烷化催化剂试验方法..... 159

甲烷化催化剂化学成分分析方法	161
第六节 氨合成类催化剂	165
A 106 型氨合成催化剂	165
A 109 型氨合成催化剂	165
A 110 型系列氨合成催化剂	165
A 201 型氨合成催化剂	166
氨合成催化剂试验方法	167
氨合成催化剂化学成分分析方法	170
第七节 醇类催化剂	176
联醇及低温变换催化剂化学成分分析	
方法	176
第八节 制酸类催化剂	179
S101 型硫酸生产用钒催化剂	179
S101-2H 型硫酸生产用钒催化剂	180
S107、S108 型硫酸生产用钒催化剂	180
S107-1H 型硫酸生产用钒催化剂	180
S109 型硫酸生产用钒催化剂	181
硫酸生产用钒催化剂试验方法	181
硫酸生产用钒催化剂化学成分分析方法	185
S201 型硝酸生产用铂催化剂	190
S201 型硝酸生产用铂催化剂试验方法	191
第四章 表面活性剂	196
第一节 表面活性剂通用分析方法	196
水溶液 pH 值的测定——电位法	196
粉状样品分样法	196
试验用水或水溶液电导率的测定	197
已知钙硬度水的制备	198
碱度的测定——滴定法	199
游离碱度或游离酸度的测定——滴定法	200
浆状物在灌装时表观密度的测定	200
粉状物的表观密度测定法	201
碘值的测定	202
皂化值的测定	203
含水量的测定——卡尔·费休法	204
螯合剂含量的测定——滴定法	205
分散剂中钙、镁总含量的测定方法	206
乙氧基化醇和烷基酚硫酸盐 活性物质总	
含量的测定	207
无机硫酸盐含量的测定——滴定法	208
用旋转式粘度计测定粘度和流动	
性质的方法	209
用拉起液膜法测定表面张力	211
在硬水中稳定性的测定方法	213
润湿力的测定——浸没法	214
分散力测定方法	216
钙皂分散力的测定——酸量滴定法	217
乳化力的测定——比色法	219

表面活性剂中、高粘度乳液的特性测试及其	
乳化能力的评定方法	220
油包水乳液贮藏稳定性的测定——	
烘箱法	221
油包水乳液贮藏稳定性的测定——	
低温至室温循环法	222
阴离子表面活性剂水中溶解度的测定	222
阴离子和非离子表面活性剂临界胶束浓度的	
测定——圆环测定表面张力法	223
阳离子表面活性剂（氢氯化物和氢溴化物）	
临界胶束浓度的测定——反离子活度	
测量法	224
非离子表面活性剂浊点指数（水数）的	
测定——容量法	226
纺织助剂防水剂防水力测定法——	
淋水测试法	226
纺织助剂防水剂防水力测定法——	
静水压测试法	228
纺织助剂丝光浴润湿力测定法	228
纺织助剂耐碱性测定法	229
纺织助剂洗涤力的测定	230
纺织助剂耐酸性测定法	232
纺织助剂聚乙二醇型非离子表面活性剂活	
性物及聚乙二醇含量的测定法	233
非离子表面活性剂 聚乙氧基化衍生物羟	
值的测定——乙酐法	235
非离子型表面活性剂 聚乙氧基化衍生物中	
氧乙烯基含量的测定——碘量法	237
非离子表面活性剂 聚烷氧基化衍生物羟	
值的测定——邻苯二甲酸酐法	238
环氧乙烷型及环氧乙烷-环氧丙烷嵌段聚合	
型非离子表面活性剂——浊点的测定	242
高温条件下分散染聚酯织物染料用匀染剂的	
移染性测试法	243
第二节 表面活性剂产品技术要求及	
检验方法	245
净洗剂 LS	245
防水整理剂 H	246
乳化剂 S-60	247
乳化剂 S-80	247
乳化剂 T-60	248
乳化剂 T-80	249
乳化剂 NP-10	249
分散剂 MF	251
分散剂 N	253
渗透剂 BX	255
工业乙氧基化脂肪胺	256

第五章 感光化学品	261
第一节 照相级化学药品	261
成色剂微量金属的测定——火焰原子吸收	
光谱法	261
成色剂含量的测定——反相高效液相	
色谱法	262
成色剂微量硫的测定——分子吸收	
光谱法	266
成色剂光吸收测定方法	266
增感染料含量的测定——反相高效液相	
色谱法	267
邻苯二甲酸二丁酯	269
磷酸三甲苯酯	270
对苯二酚	272
三水合乙二胺四乙酸铁钠	273
对甲胺基酚硫酸盐(米吐尔)	273
4-(N, N-二乙基)-2-甲基-苯二胺盐酸盐	
(CD-2)	274
4-[N-乙基-N-(β-羟乙基)]-2-甲基苯二胺	
硫酸盐(CD-4)	276
丁二酸二(2-乙基己酯)磺酸钠	
(SU-2)	278
对异辛基苯酚聚氧乙烯醚(表面	
活性剂 1283)	278
无水亚硫酸钠	281
无水碳酸钾	282
铁氰化钾	283
硼酸	284
四硼酸钠	285
碳酸钠	286
硫代硫酸钠	287
第二节 PS 版	288
阳图型 PS 版	288
阴图型 PS 版	291
第六章 饲料添加剂	293
第一节 无机饲料添加剂	293
氧化锌	293
磷酸氢钙	296
磷酸二氢钙	301
磷酸二氢钾	303
碘酸钙	305
碘化钾	307
亚硒酸钠	309
氯化钴	310
硫酸锰	311
硫酸亚铁	313
硫酸锌	314

硫酸铜	316
硫酸镁	318
轻质碳酸钙	320
尿素	321
第二节 有机饲料添加剂	326
丙酸钙	326
丙酸钠	327
70% 氯化胆碱水溶液	329
50% 氯化胆碱粉剂	332
第七章 食品添加剂	333
第一节 无机食品添加剂	333
二氧化硅	333
过氧碳酸钠	336
连二亚硫酸钠	337
焦亚硫酸钠	339
溴酸钾	341
亚铁氰化钾	342
磷酸二氢钙	344
磷酸三钙	346
碱式碳酸镁	348
液体二氧化碳(石灰窑法和合成氨法)	350
第二节 有机食品添加剂	352
植酸(肌醇六磷酸)	352
环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)	354
稀释过氧化苯甲酰	356
亮蓝	358
亮蓝铝色淀	364
胭脂红	368
胭脂红铝色淀	371
苋菜红	375
苋菜红铝色淀	379
诱惑红	382
诱惑红铝色淀	387
赤藓红	390
赤藓红铝色淀	394
山梨醇酐单硬脂酸酯(斯潘 60)	397
山梨醇酐单油酸酯(斯潘 80)	399
吗啉脂肪酸盐果蜡	401
乙氧基喹	402
田菁胶	404
附录	407
I 滴定分析用标准溶液的制备及标定	407
II 杂质测定用标准溶液的制备	416
III 试验方法中所用制剂及制品的制备	422
IV 色度测定通用方法	427
V 密度测定通用方法	428
VI 砷测定通用方法——砷斑法	430

VII	pH 值测定通则	430
VIII	熔点范围测定通用方法	431
IX	折光率测定通用方法	433
X	铁含量测定的通用方法——邻菲罗啉 分光光度法	433
XI	无机化工产品中氯化物含量测定的 通用方法——汞量法	436

XII	分析实验室用水规格	439
XIII	试验筛	442
XIV	火焰原子吸收光谱法通则	444
XV	无机化工产品中氯化物含量测定的 通用方法——电位滴定法	446
XVI	有机化工产品灰分的测定	449
XVII	有机化工产品结晶点的测定方法	449

第一章 分子筛

第一节 分子筛通用分析方法

分子筛动态水吸附测定方法

一、适用范围

本方法适用于各种类型的粒状分子筛。

二、方法提要

将试样破碎、过筛，取规定的粒度填充在吸附管中，在规定的温度和氮气流中再生，于常压、0℃水汽饱和的氮气流中吸附水分，待床层穿透时称量，计

算动态水吸附量。

三、仪器和设备

仪器的安装如图 1-1 所示。

- (1) 稳压管 长度不小于 60 cm 的玻璃管，内注水。
- (2) 转子流量计 能够指示 300~500 ml/min 氮气流。
- (3) 水汽饱和瓶 500 ml 烧瓶，内装适量水。

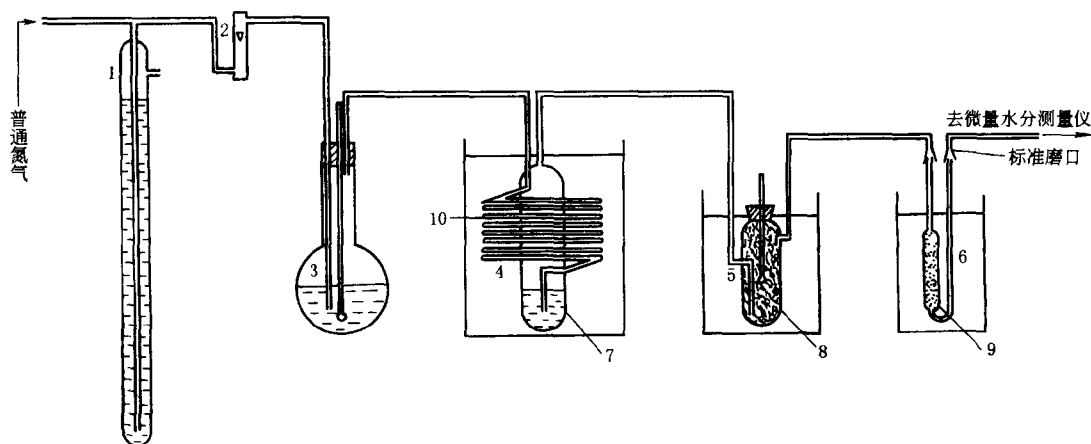


图 1-1 动态水吸附测定流程

1—稳压管；2—转子流量计；3—水汽饱和瓶；4~6—冰水浴；
7—水汽分离瓶；8—湿度稳定瓶；9—吸附管；10—螺旋铜管

(4) 螺旋铜管 长 200 cm、管径 $d8 \times 1$ mm，制成直径 100 mm 的螺旋盘管。

(5) 水汽分离瓶 高 200 mm、内径 60 mm 圆柱形玻璃瓶，内注少量水。

(6) 湿度稳定瓶 高 140 mm、内径 50 mm 圆柱形玻璃瓶，里面放玻璃纤维并装有一支玻璃温度计。

(7) 吸附管 高 65 mm、内径 (6.5 ± 0.1) mm 的 U 形玻璃管，两端口是 10 号标准磨口。吸附管如图 1-2 所示。

水汽分离瓶、湿度稳定瓶和吸附管外套冰水浴，恒定温度 0~1℃。

(8) 微量水分测量仪 能够连续测量气体中的微量水分、精度不大于 $\pm 10\%$ 。

(9) 分析天平 感量 0.1 mg。

(10) 试验筛 孔径 850 μm 、1.18 mm。

四、操作步骤

1. 装样

将少量玻璃纤维填在吸附管底部（玻璃纤维不可塞得过紧，以免气流受阻），使装样时试样不落在吸附管的毛细管内，套上两只磨口盖，称量（准确至 0.1 mg），此质量为 m_1 。

将破碎、过筛后粒度为 850 μm ~1.18 mm 的试样装入吸附管，轻轻振实，装至 65 mm 高度处。

2. 再生

按图 1-3 将吸附管装在再生管路中，吸附管外套上电阻炉。

① 将 400~500 ml/min 经干燥的普通氮气通过吸附管，并在 $(300 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下加热试样 1 h。

② 试样加热再生后，吸附管两端口立即套紧磨口盖，冷却试样至室温，称量（准确至 0.1 mg），此质量为 m_2 。

3. 测定

① 取下吸附管上磨口盖，按图 1-1 装入测定流

程。吸附管外套冰水浴，待各冰水浴温度恒定后，在常压下，将 (300 ± 5) ml/min 的普通氮气通入吸附管，测定流出气的含水量，直到含水量达到 0.000 4% (露点 -50°C) 时止。

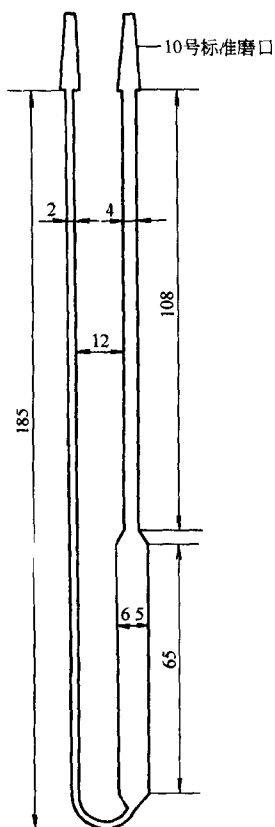


图 1-2 吸附管

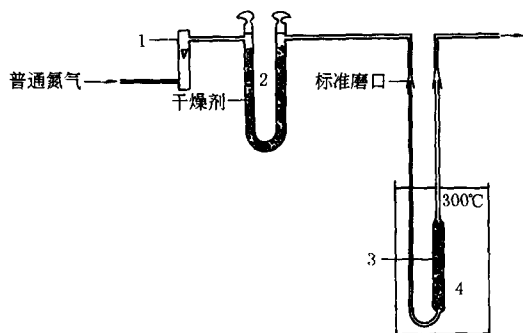


图 1-3 试样再生流程

1—转子流量计；2—干燥管；3—吸附管；4—电阻炉

② 取下吸附管，套上磨口盖，待恢复至室温后称量（准确至 0.1 mg），此质量为 m_3 。

五、分析结果表述

以质量分数 w (%) 表示的动态水吸附量按式 (1-1) 计算：

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

式中 w ——动态水吸附量，%；

m_1 ——吸附管（连盖）质量，g；

m_2 ——吸附管（连盖）质量加再生后试样量，g；

m_3 ——吸附管（连盖）质量加吸水后试样量，g。

取连续两次测定的算术平均值作为结果。

六、允许差

连续两次测定的相对偏差不大于 4.0%。

不同实验室测定的相对偏差不大于 4.5%。

分子筛静态水吸附测定方法

一、适用范围

本方法适用于粒状和粉状分子筛静态水吸附的测定。

二、方法提要

将一定量的试样焙烧后，置于盛有氯化钠饱和水溶液的密闭容器内，在规定的温度和时间下吸附水汽。称量，计算静态水吸附量。

三、仪器和设备

(1) 鼓风干燥箱 工作室不小于 $350 \text{ mm} \times 450 \text{ mm} \times 450 \text{ mm}$ ，温差不大于 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

(2) 箱式电阻炉 温差不大于 $\pm 10^\circ\text{C}$ 。

(3) 分析天平 感量 0.1 mg。

(4) 真空表 $1.01 \times 10^5 \sim 0 \text{ Pa}$ ，1.5 级。

(5) 真空干燥器和普通干燥器 内径 150 mm 左右。

(6) 真空泵 抽气速率不小于 0.5 L/s。

(7) 瓷坩埚 容量 20 ml。

(8) 称量瓶 内径 40 mm，高 20 mm 左右。

四、操作步骤

① 称取 1.5 g 试样两份（准确至 0.1 g），置于两只瓷坩埚中。

② 将盛有试样的瓷坩埚放入箱式电阻炉内，在 550°C 焙烧 1 h。

③ 取出两只瓷坩埚，在室温下冷却 20 ~ 25 s，分别将试样倒入已称量（准确至 0.2 mg）的两只称量瓶内，轻轻盖上瓶盖并立即置于真空干燥器内。

④ 开启真空泵，在真空干燥器内空气压强小于 $1.0 \times 10^3 \text{ Pa}$ 的条件下，关闭真空泵，冷却试样至室温。

⑤ 缓慢旋转真空干燥器盖上活塞，使大气慢慢通入干燥器内。

⑥ 打开真空干燥器，取出称量瓶，立即在分析天平上称量（准确至 0.2 mg）。

⑦ 轻轻摇动称量瓶内的试样，使试样铺成均匀的一层，然后打开称量瓶盖，置于盛有氯化钠饱和水溶液的干燥器中。

⑧ 干燥器放在鼓风干燥箱内，开启鼓风机（夏

天气温接近 35℃ 时鼓风机不开), 箱温控制在 (35 ± 1)℃, 恒温吸附 24 h。打开干燥器盖, 立即盖上称量瓶盖, 取出称量瓶, 称量 (准确至 0.2 mg)。

五、分析结果表述

按式(1-2)计算静态水吸附量(以质量分数 w 表示):

$$w = \frac{m_3 - m_2}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad (1-2)$$

式中 w ——静态水吸附量, %;

m_1 ——称量瓶质量, g;

m_2 ——称量瓶质量加焙烧后试样质量, g;

m_3 ——称量瓶质量加吸水后试样质量, g。

取平行测定的算术平均值作为结果。

六、允许差

平行测定的相对偏差不大于 1.5%。

不同实验室测定相对偏差不大于 2.0%。

分子筛堆积密度测定方法

一、适用范围

本方法适用于粒状分子筛松装密度和振实密度的测定。

二、方法提要

试样以一定的方式填充在一定容积的容器中, 测定试样的吸水量, 扣除吸附水分, 求得干燥试样的质量, 计算其堆积密度。

三、仪器和设备

(1) 松装、振实堆积密度测定仪 (如图 1-4 所示)。

① 玻璃或金属制的贮存漏斗 (如图 1-5 所示)。

② 金属板制的加料器 (如图 1-6 所示)。

③ 金属制的测定容器 (如图 1-7 所示)。

④ 能够紧固测定容器的振击装置, 振幅 1~3 mm, 频率 100~200 次/min (如图 1-8 所示)。

(2) 天平 感量 0.01 g。

(3) 箱式电阻炉 温差不大于 ±10℃。

四、试样及制备

① 将试样用四分法缩分至两份, 每份比测定用量增加约 60 ml。

② 将分得的试样摊平, 在空气中暴露 24 h 以上备用。

五、操作步骤

1. 松装密度的测定

① 调节测定仪贮存漏斗的高度及加料器的振动电压和斜度, 使加料速度控制在 3~5 ml/s。

② 将备用试样装入测定仪的贮存漏斗中, 通过测定容器上端套筒, 加入到容积为 100 ml 的测定容器中 (注: 粒径大于 5 mm 的球形试样和条径大于 3 mm 的条形试样, 用容积为 300 ml 的测定容器。)

③ 除去容器上端套筒, 用直尺刮平高出容器的

试样。

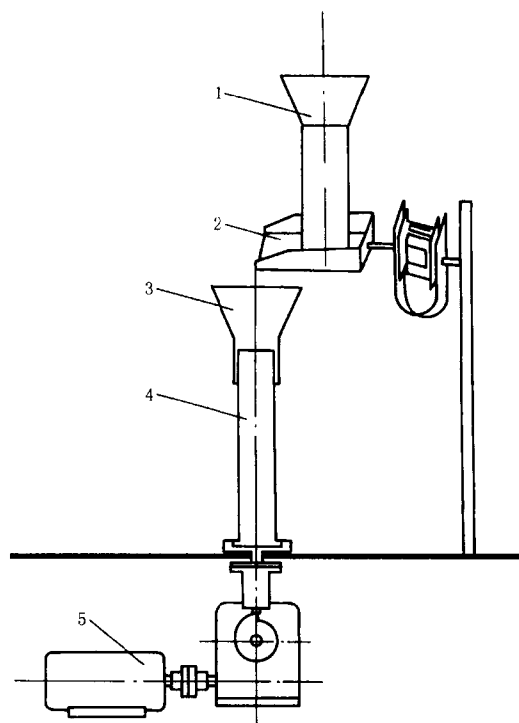


图 1-4 松装、振实密度测定仪示意图

1—安装在支架上的贮存漏斗; 2—金属振动加料器;
3—套筒; 4—测定容器; 5—传动装置

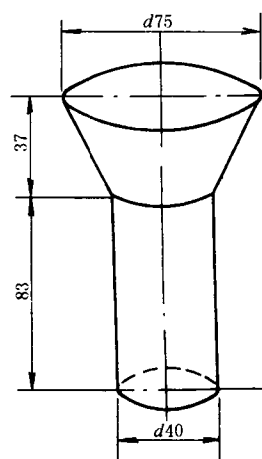


图 1-5 贮存漏斗

④ 称量测定容器中的试样 (准确至 0.01 g)。

2. 振实密度的测定

① 调节测定仪振击电压, 使振动频率控制在 140~160 次/min。

② 将备用试样取 120 ml, 分 3 次, 每次将取样量的 1/3 通过测定容器上端套筒, 倒入测定容器中。每倒一次, 振击 1 000 次, 共振击 3 000 次 (注: 粒径

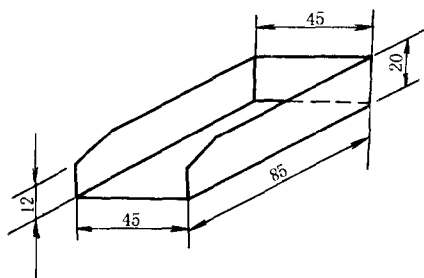


图 1-6 加料器

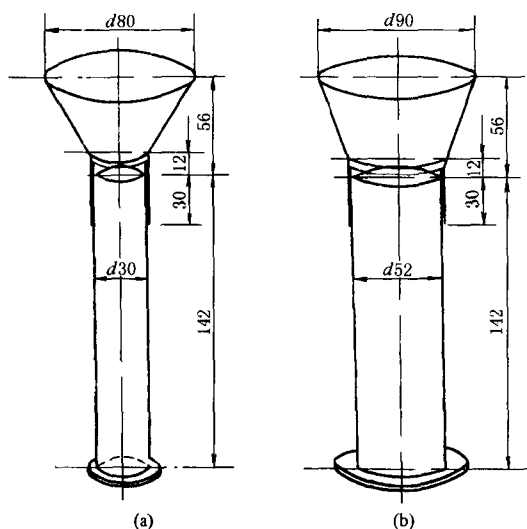
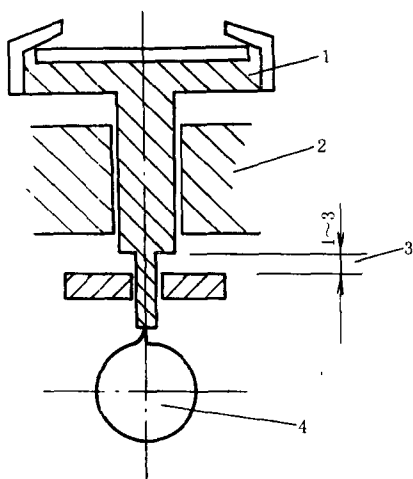
图 1-7 测定容器（上端为套筒）
(a) 容积 100 ml; (b) 容积 300 ml

图 1-8 振击装置

1—安装测定容器的底座；2—轴套；
3—振幅；4—凸轮

大于 5 mm 的球形试样和条径大于 3 mm 的条形试样，取备用试样 360 ml)。

③ 除去容器上端套筒，用直尺刮平高出容器的试样。

④ 称量测定容器中的试样（准确至 0.01 g）。

3. 测定试样的吸水量

① 即刻取测定堆积密度后的试样两份，每份 10 g 左右，置于两只已称量（准确至 0.01 g）的瓷坩埚中。

② 将盛有试样的瓷坩埚放入箱式电阻炉中，在 550 ℃ 焙烧 1 h。

③ 取出两只瓷坩埚，置于真空干燥器内，在空气压强小于 1.0×10^3 Pa 的条件下，冷却试样至室温。

六、分析结果的表述

1. 试样的吸水量按式 (1-3) 计算：

$$w = \frac{m_3 - m_2}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad (1-3)$$

式中 w ——试样的吸水量，%；

m_1 ——瓷坩埚质量，g；

m_2 ——瓷坩埚质量加焙烧后试样质量，g；

m_3 ——瓷坩埚质量加试样质量，g。

取平行测定值的算术平均值作为结果。

2. 试样的堆积密度按式 (1-4) 计算：

$$\rho = \frac{(S_2 - S_1)(1 - w)}{V} \quad (1-4)$$

式中 ρ ——堆积密度（松装密度或振实密度），g/ml；

S_1 ——称量容器的质量，g；

S_2 ——试样质量（松装质量或振实质量）加称量容器的质量，g；

w ——试样的吸水量，%；

V ——测定容器的容积，ml。

取两次测定的算术平均值作为结果。

七、允许差

两次测定的相对偏差不大于 1%。

不同实验室测定的相对偏差不大于 2%。

粒状分子筛粒度测定方法

一、适用范围

本方法适用于球形、条形分子筛外形粒度的测定。

二、球形分子筛粒度测定方法

1. 方法提要

选用一组试验筛，将一定量的试样按规定的条件作筛分分析，根据各筛级筛余物的质量，计算用质量分数表示的粒度分布和平均粒径。

2. 仪器和设备

(1) 标准筛振筛机 转动次数 200~300 次/min，

振击次数 130~160 次/min, 回转半径 10~12 mm。

(2) 直径 200 mm 试验筛 孔径 5.0 mm ~ 400 μm —组, 并备有一只筛盖和一只筛底盘。筛子的个数、规格见“四、说明”。

(3) 天平 感量 0.01 g。

3. 操作步骤

待测试样用四分法缩分至两份, 每份约 50 g。

根据试样粒度, 选取比此试样最大粒度相应孔径更大一级筛子开始, 到比最小粒度相应孔径更小一级为止的筛子若干只。

各筛子按筛孔从大到小顺序排列, 最下面的为筛底盘, 将试样倒入最上面一级筛内, 盖上筛盖, 然后装入振筛机, 筛分 5 min。

将筛分后的各筛级筛余物分别称量, 准确至 0.01 g (嵌在筛孔上的试样拨下后, 作为该筛级的筛余物)。

4. 分析结果的表述

(1) 粒度分布, 以各筛级筛余物的质量分数 (w) 表示按式 (1-5) 计算:

$$w_i = \frac{m_i}{m_{\Sigma}} \times 100\% \quad (1-5)$$

式中 m_i ——各筛级筛余物质量, g;

m_{Σ} ——各筛级筛余物质量总和, g。

取两次测定的算术平均值作为结果。

(2) 按式 (1-6) 计算平均粒径:

$$D = [w_2(r_1 + r_2) + w_3(r_2 + r_3) + \dots + w_n(r_{n-1} + r_n) + w_{n+1}(r_n)] / 200 \quad (1-6)$$

式中 D ——平均粒径, mm;

$w_2, w_3, \dots$ ——各筛级筛余物的质量分数;

$r_1, r_2, \dots$ ——各筛级筛孔径, mm;

n ——选用筛子的个数。

5. 允许差

两次测定的相对偏差不大于 1%。

不同实验室测定的相对偏差不大于 2%。

三、条形分子筛粒度测定方法

1. 方法提要

用量径仪测量一定量试样每颗粒的长度和条径。以长度分布为横坐标, 相应长度质量分数为纵坐标作颗粒长度分布图; 计算平均条径。

2. 仪器和设备

(1) BF 量径仪 量程 0~10.00 mm (图 1-9)。

(2) 金属或有机玻璃制的样品板 (图 1-10) 样品板的选用见 图 1-9 量径仪“四、说明”。

(3) 天平 感量 0.01 g。

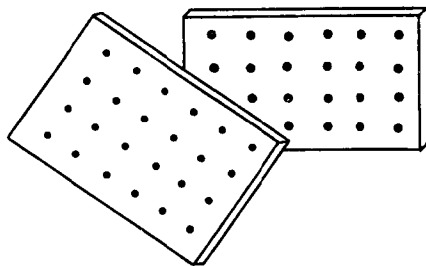
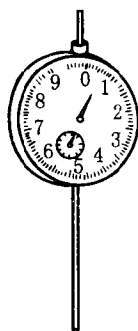


图 1-10 样品板

(4) 瓷坩埚 容量 20 ml。

3. 试样制备

① 根据试样条径, 选择测试颗数, 条径小于 3.0 mm 的取 150 颗, 条径大于、等于 3.0 mm 的取 260 颗。

② 将试样用四分法缩分至略多于测条长一次使用的颗数的 2 倍。

4. 操作步骤

(1) 条长的测定

根据试样的条径, 选用相应孔径的样品板, 将试样逐条插入样品板孔内, 需插到底部。

用 BF 量径仪测量插入样品板孔内试样的长度。

把测过条长的每颗试样, 按长度分档, 每档间隔 1 mm, 逐粒放入瓷坩埚中。

称量每只瓷坩埚内不同条长的试样质量 (准确至 0.01 g)。

(2) 条径的测定

将测过条长的试样取 40 颗, 两份, 过长条折断后长度应不大于 4 mm。

用 BF 量径仪测量试样的条径。

5. 分析结果的表述

(1) 以各级条长的质量分数 (w) 表示的条长度分布按式 (1-7) 计算:

$$w_i = \frac{m_i}{m_{\Sigma}} \times 100\% \quad (1-7)$$

式中 m_i ——各级条长质量, g;

m_{Σ} ——试样总质量, g。

取两次测定的算术平均值作为结果, 绘制颗粒长度分布图。

(2) 平均条径按式 (1-8) 计算:

$$\bar{D} = \sum_{i=1}^{40} D_i / 40 \quad (1-8)$$

式中 $\bar{D}$ ——平均条径, mm;

D_i ——每颗试样的条径, mm;

40——试样颗数。

取两次测定的算术平均值作为结果。

6. 允许偏差

两次测定的相对偏差不大于2%。

四、说明

1. 样品板的选用

金属或有机玻璃制的样品板其规格如图 1-11 所示。

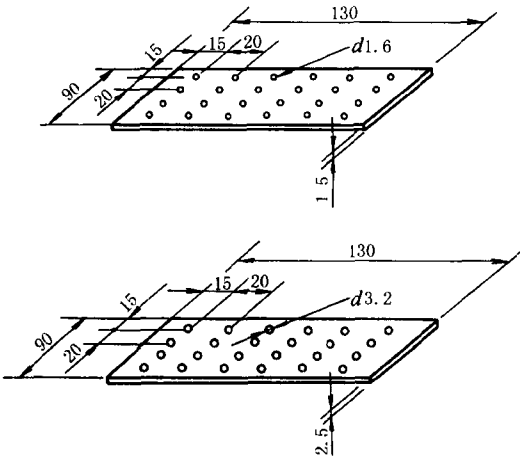


图 1-11 样品板

条径小于、等于 1.6 mm 试样，板厚 1.5 mm；
条径大于 1.6 mm、小于 3.2 mm 试样，板厚 2.0 mm；
条径等于、大于 3.2 mm 试样，板厚 2.5 mm。
根据试样的不同条径，选用相应孔径大小的样品板。

2. 试验筛的说明

① 试验筛孔径 5.0 mm ~ 400 μm 一组的顺序排列如表 1-1：

表 1-1 所用试验筛顺序排列

序号	孔径/mm	序号	孔径/mm	序号	孔径/μm	序号	孔径/μm
1	5.00	6	1.60	11	800	16	450
2	4.00	7	1.40	12	710	17	400
3	3.15	8	1.25	13	630		
4	2.50	9	1.00	14	560		
5	2.00	10	900	15	500		

② 粒径大于 5.00 mm 的试样，另选试验筛孔径，但应符合 R20 系列。（见本书附录 XIII “试验筛”）。

分子筛抗压碎力试验方法

一、适用范围

本方法适用于各类分子筛颗粒抗压碎力的测定。

二、定义

变异系数：试样本身抗压碎力的均匀性。

三、方法提要

本方法使用颗粒强度测定仪，对经过焙烧后的分

子筛径向或点接触施加压力，测量该颗粒被压碎时所需的力。取各次测量的平均值为测定值，以抗压碎力均值及变异系数评价试样的抗压碎力及其均匀性。

四、仪器和设备

(1) 颗粒强度测定仪 量程 0~250 N；
精度 ±1.0%。

(2) 瓷坩埚 容量 20 ml。

(3) 箱式电阻炉 温度控制可达 (550±15)℃。

(4) 试验筛 R40/3 系列（见本书附录 XIII）。

(5) 干燥器 内径 150 mm 左右。

(6) 测压模具 材料为工具钢。测球形的为一平台，测细条 ($d < 3$ mm) 的宽度为 (3.18 ± 0.2) mm，测粗条 ($d \geq 3$ mm) 的宽度为 (6.35 ± 0.02) mm，高度约 3 mm 的模板。见图 1-12、图 1-13。

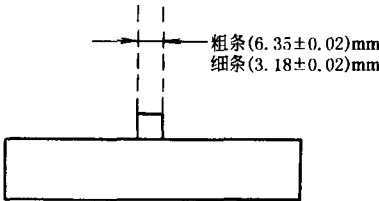


图 1-12 条状分子筛测压
碎力模具侧视图

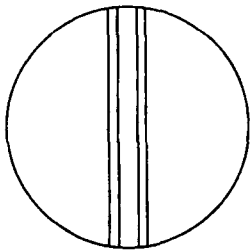


图 1-13 条状分子筛测
碎力模具俯视图

五、试样及制备

(1) 采样 按“八、说明”确定采样单元数。采样时用采样器自桶中心深入桶 1/4 处采取样品，每桶采取样品量应不少于 100 g。

(2) 球状分子筛 按第一章第一节中“粒状分子筛粒度测定方法”的规定，进行球径的筛分工作。

(3) 条状分子筛 取长度大于条径 2 倍的样品。

(4) 用缩分器或四分法将样品缩分至约 50 颗备用。

六、操作步骤

① 将试样置于瓷坩埚内（不盖严坩埚盖），放入箱式电阻炉中，在 550℃ 下焙烧 1 h。

② 取出瓷坩埚，盖上盖子，放入装有新鲜分子

筛（分子筛干燥剂在 550 ℃ 焙烧 2 h）作干燥剂的干燥器内，冷却至室温。

③ 将球形试样放在颗粒强度测定仪的测试平台上，逐粒测定 25 颗试样的抗压碎力。

④ 将条状样品侧放（条状样品与测试模板成垂直相交的位置）在颗粒强度测定仪的测试模具上，逐粒测定 25 颗样品的抗压碎力。

七、分析结果的表述

1. 试样抗压碎力均值以 $\bar{F}$ 表示，按式 (1-9) 计算：

$$\bar{F} = \frac{\sum_{i=1}^{25} F_i}{25} \quad (1-9)$$

式中 $\bar{F}$ ——抗压碎力均值，N；

F_i ——单颗样品抗压碎力，N；

25——试样颗数。

2. 计算 25 次测量的标准偏差 S （取 3 位有效数字），按式 (1-10) 计算：

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{25} (F_i - \bar{F})^2}{25 - 1}} \quad (1-10)$$

式中 $\bar{F}$ ——抗压碎力均值，N；

F_i ——单颗样品抗压碎力，N；

25——试样颗数。

3. 样品抗压碎力变异系数以 C 表示，按式 (1-11) 计算：

$$C = \frac{S}{\bar{F}} \quad (1-11)$$

式中 S ——25 次测量抗压碎力的标准偏差；

$\bar{F}$ ——抗压碎力均值，N。

八、说明 采样单元数的确定

按表 1-2 确定采样单元数。

表 1-2 选取采样单元数的规定

总体物料的单元数	选取的最少单元数
1~10	全部单元
11~49	11
50~64	12
65~81	13
82~101	14
102~125	15
126~151	16
152~181	17
182~216	18
217~254	19
255~296	20
297~343	21
344~394	22
395~450	23
451~512	24

沸石分子筛动态二氧化碳吸附的测定方法

一、适用范围

本方法适用于条状或球状的 13X 分子筛，也可以用于其他沸石分子筛。

二、方法提要

在规定的压力、流量、温度条件下，将含有规定饱和水蒸气的空气连续通过装有 0.85~1.18 mm 已活化过的沸石分子筛吸附管，直到出现二氧化碳吸附穿透为止。求得该分子筛对二氧化碳的转效动态吸附量。

三、仪器和设备

一般实验室仪器和以下所列仪器。

(1) 空气压缩机 额定压力 0.7 MPa。

(2) 氧气表 0~25 MPa。

(3) 增湿器 $d130\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 210\text{ mm}$ 不锈钢圆筒，耐压 0.75 MPa；见图 1-14。

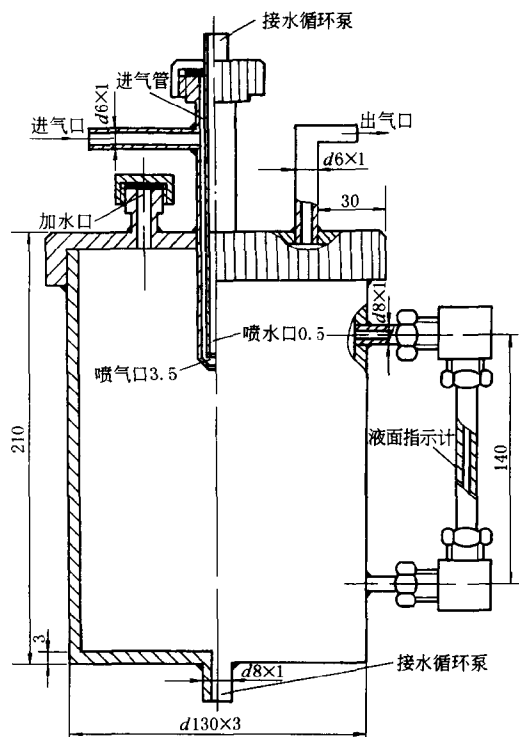


图 1-14 增湿器

(4) 水循环泵 耐压 0.75 MPa。

(5) 恒湿器 $d50\text{ mm} \times 2\text{ mm} \times 150\text{ mm}$ 黄铜或不锈钢，外绕 $d6\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ 铜管或不锈钢管，耐压 0.75 MPa；见图 1-15。

(6) 吸附器 $d32\text{ mm} \times 3\text{ mm} \times 75\text{ mm}$ 黄铜或不锈钢，外绕 $d6\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ 铜管或不锈钢管，耐压 0.75 MPa；见图 1-16。