

中华人民共和国国家标准

3A 分子筛静态乙烯和氮气吸附 测定方法

GB 10505.3—89

Determination of static adsorbed ethene
and nitrogen for molecular sieve 3A

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用重量法测定3A分子筛静态乙烯和氮气吸附的仪器、测定步骤以及计算与结果的表示。

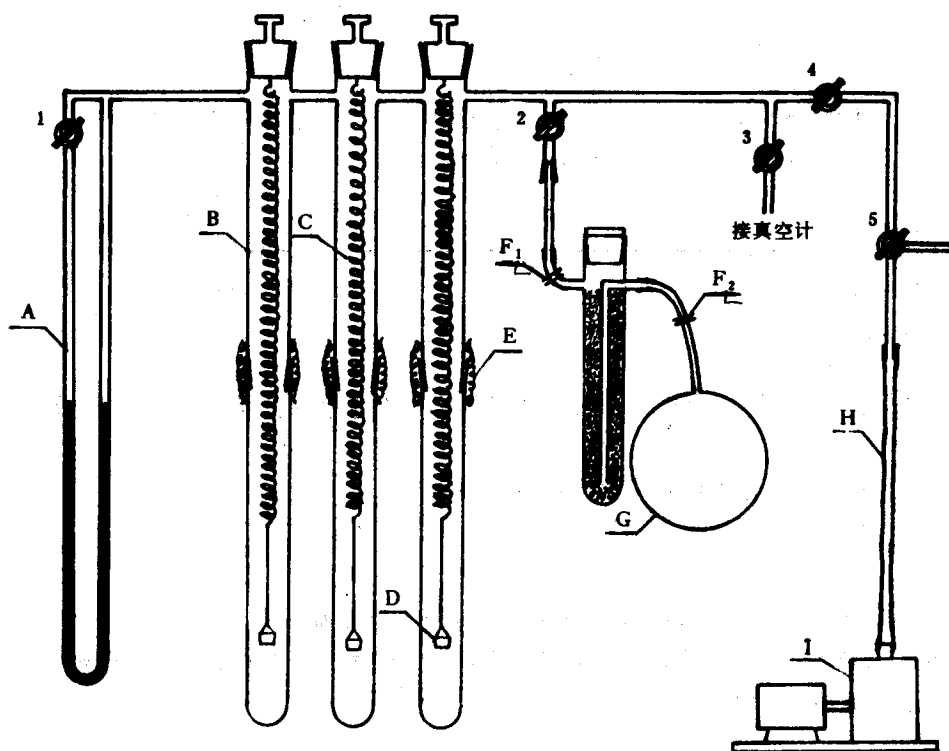
本标准适用于3A分子筛静态乙烯和氮气吸附量的测定。

2 方法提要

将样品装在悬挂在石英弹簧上的载篮内,在真空条件下将样品加热再生,然后在一定的压力下,对扩散均匀的乙烯或氮气进行吸附,样品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。

3 仪器和气源

- 3.1 真空吸附仪,如图。
- 3.2 石英弹簧:(以下简称弹簧),灵敏度0.6~0.8 mm/mg。
- 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。
- 3.4 真空计:能测量不低于 1.33×10^{-1} Pa真空度。
- 3.5 垂高计:分度为0.01~0.02 mm。
- 3.6 加热电炉:(以下简称电炉),能自动控温,温度可达400℃。
- 3.7 试验筛:0.85 mm、1.18 mm。
- 3.8 干燥箱:最高温度不低于200℃。
- 3.9 干燥器:内径150 mm左右。
- 3.10 聚合级乙烯和钢瓶普氮气。



真空吸附仪示意图

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。

4 样品准备

4.1 将待测样品用四分法缩分至2~3 g。

4.2 粉状样品置于干燥箱(3.8)，在200℃下焙烘1 h后，放在干燥器(3.9)内备用。粒状样品破碎过筛后取0.85~1.18 mm的粒度备用。

5 测定步骤

5.1 装样

5.1.1 取下吸附管下管，将载篮挂在弹簧(3.2)上，套上吸附管下管，用垂高计(3.5)读出空载篮高度(准确至0.02 mm)，此高度为 H_0 。

5.1.2 取下吸附管下管，将适量样品装在载篮内，套上吸附管下管，以金属弹簧固定之，读下装样后载篮的高度(准确至0.02 mm)，此高度为 H_1 。

5.2 样品再生

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(3.3)，缓慢旋转活塞5，使系统切断大气与真空泵连通，对全系统和干燥管进行抽空。

5.2.2 吸附管外套上电炉(3.6)，接通电源，渐渐升温至 $360 \pm 10^\circ\text{C}$ ，在真空条件下对样品加热再生0.5 h，在电炉升温同时，依次关闭活塞2，松开螺旋夹 F_2 ，拧紧螺旋夹 F_1 。

5.2.3 用真空计(3.4)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。

5.3 吸附

5.3.1 吸附管外套上冰水浴,用垂高计测量样品再生后载篮高度(准确至0.02 mm),此高度为 H_2 。

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(3.10)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形汞压力计读出。

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_3 。

5.3.4 取下吸附管,取下悬挂在弹簧下的载篮,倒净载篮内的样品后,将载篮再悬挂在弹簧上,测定气压小于 1.33 Pa 时与气压 $1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$ 时空载篮的高度差(准确至0.02 mm),此高度差为 H_4 。

6 计算与结果

6.1 样品浮力校正值 H_5 按式(1)计算:

$$H_5 = d \times (H_2 - H_4 - H_0) / 2000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: H_5 ——样品浮力校正值,mm;

d ——压力 $1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$ 时吸附气体的密度,mg/mL;

H_2 ——样品再生后载篮高度,mm;

H_4 ——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,mm;

H_0 ——气压 $1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$ 时空载篮高度,mm。

6.2 样品静态乙烯或氮气吸附量 X 按式(2)计算:

$$X = \frac{H_3 - (H_2 - H_4 - H_5)}{H_2 - H_4 - H_5 - H_0} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X ——静态乙烯或氮气吸附量,mg/g;

H_3 ——样品吸附平衡时载篮高度,mm;

H_2 ——样品再生后载篮高度,mm;

H_4 ——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,mm;

H_5 ——样品浮力校正值,mm;

H_0 ——气压 $1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$ 时空载篮高度,mm。

6.3 以平行测定值的算术平均值表示结果。

7 允许偏差

平行测定值的绝对差值不大于 1.0 mg/g 。

附加说明:

本标准由化学工业部上海化工研究院归口。

本标准由化学工业部上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人何方驹、薛美君、许世敬、杨丽莉。