

中华人民共和国国家标准

GB/T 30043—2013

煤炭直接液化 液化残渣软化点的测定 环球法

Coal direct liquefaction—Determination of softening point of liquefaction
residue—Ring and ball apparatus

2013-12-17 发布

2014-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC42)归口。

本标准起草单位:煤炭科学研究总院北京煤化工研究分院。

本标准主要起草人:杜淑凤、张晓静、李文博、李培霖、赵渊、颜丙峰、黄澎、陈来夫。

煤炭直接液化 液化残渣软化点的测定 环球法

1 范围

本标准规定了用环球法测定煤液化残渣软化点的术语和定义、方法提要、试剂和材料、仪器设备、测定步骤、方法精密度和试验报告。

本标准适用于软化点小于 220 ℃ 的煤炭直接液化残渣。

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 23251 煤化工用煤技术导则

3 术语和定义

GB/T 23251 界定的部分术语和定义以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

煤炭直接液化 coal direct liquefaction

煤炭在高压、高温和催化剂的作用下与氢气进行加氢反应,从而直接转化为液体燃料的过程。

[GB/T 23251—2009,定义 3.8]

3.2

液化残渣 coal liquefaction residue

煤炭直接液化的重质产物经固液分离(主要为减压蒸馏)后的固体混合物,包括重质液化油、沥青类物质、未转化的煤中有机质、矿物质以及催化剂等。

3.3

液化残渣软化点 softening point of liquefaction residue

在规定条件下,加热液化残渣试样使其软化至一定稠度时的温度,以℃表示。

4 方法提要

将两块水平残渣圆片置于肩状黄铜(或不锈钢)环中,每块残渣片上置有一只钢球。在加热介质中以一定的升温速率加热,以试样软化到使两个钢球下落 25 mm 刚接触支架下层板时的温度为液化残渣软化点。

5 试剂和材料

5.1 甘油:分析纯。

5.2 金属板:两面光滑的金属板,其尺寸约为 50 mm×75 mm。

5.3 刮刀:金属材质,平刃。

5.4 坩埚:瓷质,25 mL。

6 仪器设备

6.1 软化点测定装置:见图 1。

6.1.1 电炉或电加热板:最大功率 1 kW,可调。

6.1.2 玻璃烧杯:直径 105 mm,高 150 mm。

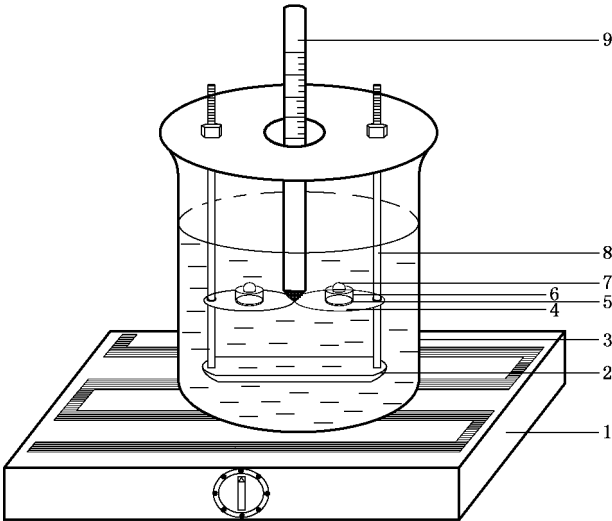
6.1.3 肩环支撑板和支架:由铜镀铬或不锈钢制,其形状和尺寸见图 2,肩环支撑板的底部至支架下层板上表面的距离为 25 mm。

6.1.4 肩环:两个,黄铜或不锈钢制,其尺寸规格见图 3。

6.1.5 钢球定位器:黄铜或不锈钢制,其形状和尺寸见图 4。

6.1.6 钢球:两个,不锈钢制,直径 9.5 mm,质量 (3.50 ± 0.05) g。

6.1.7 水银-玻璃温度计:全浸式,测量范围 $50\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 240\text{ }^{\circ}\text{C}$,最小分度值 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。



说明:

- 1——加热器;
- 2——支架下层板;
- 3——烧杯;
- 4——肩环支撑板;
- 5——肩环;
- 6——钢球定位器;
- 7——钢球;
- 8——支架;
- 9——温度计。

图 1 软化点测定装置示意图

单位为毫米

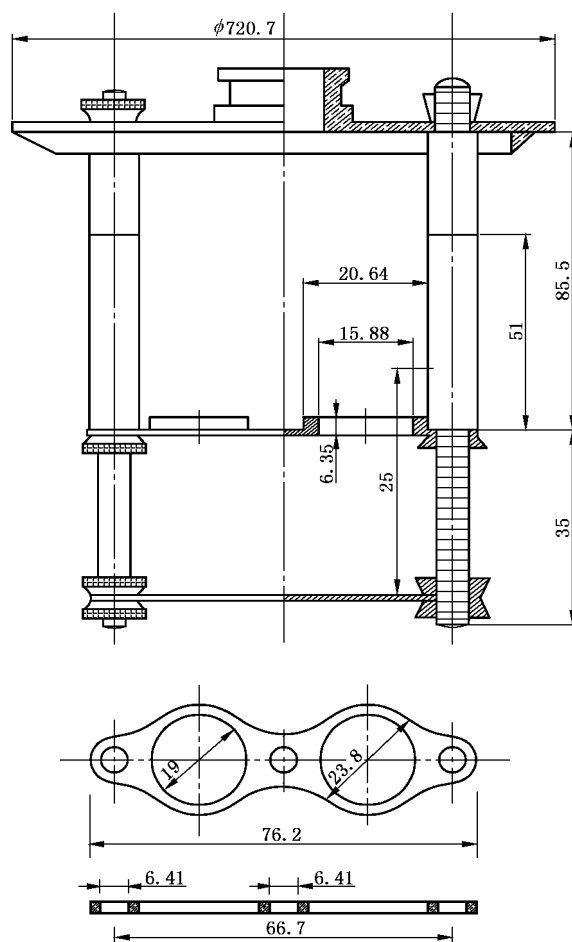


图 2 肩环支撑板和支架

单位为毫米

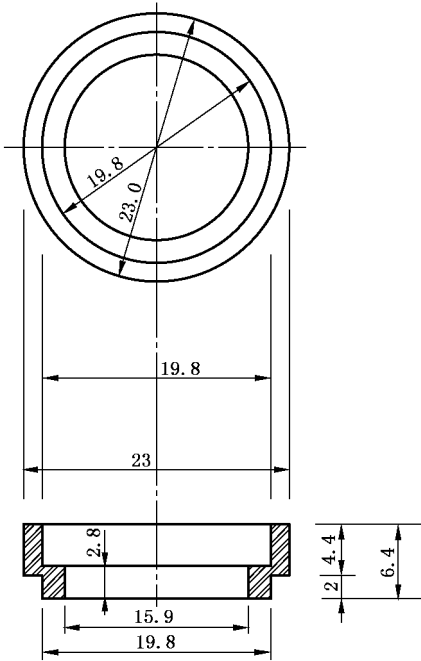


图 3 肩环

单位为毫米

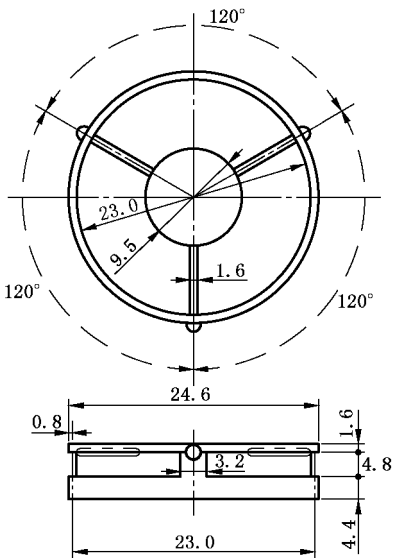


图 4 钢球定位器

7 分析试样制备

将煤液化残渣样品破碎至小于 3 mm, 缩分出约 100 g, 研磨至小于 0.4 mm 作为分析试样, 备用。

8 试验准备

8.1 熔样

取小于 0.4 mm 分析试样约 15 g 置于瓷坩埚中,在通风橱内用电加热器 30% 的加热功率加热试样,并不时搅拌以防止局部过热,直至试样熔化可以流动。观察试样不能有黄色气体逸出,否则,试验作废。

如果重复试验,在干净的坩埚中用新的样品进行熔样。

8.2 残渣圆片的制备

将肩环置于金属板上,立即将熔好的样品倒入肩环中,至稍高出环上边缘为止,冷却至室温,用预热的金属刮刀刮去肩环上多余的试样,刮时要使刀面与环面齐平,使得每一个圆片饱满并与环的顶部齐平。

9 测定步骤

9.1 按图 1 装配好软化点测定装置,并放在通风橱中。将装有试样的肩环置于环支撑板的圆孔中,装上定位器和钢球,将支架放入盛有甘油的烧杯中(甘油已预热到 60 °C),任何部分都不应附有气泡,然后将温度计插入,使水银球下端与环的底部齐平,但不能接触环或环支撑板。

9.2 从烧杯底部加热使温度以恒定的速率(5 ± 0.5) °C/min 上升,若升温速率超过此限定范围,则试验作废。

9.3 当残渣圆片软化下垂,钢球刚接触支架下层板时立即读取温度。取两个试样软化温度的算术平均值作为试样的软化点。

10 方法精密度

10.1 重复性限

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值在 95 % 置信概率下应不大于 2 °C。

10.2 再现性限

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值在 95 % 置信概率下应不大于 3 °C。

11 试验报告

试验报告至少应包括以下信息:

- a) 样品标识;
- b) 依据标准;
- c) 试验结果;
- d) 与标准的任何偏离;
- e) 试验中出现的异常现象;
- f) 试验日期。