



中华人民共和国国家标准

GB/T 30044—2013

煤炭直接液化 液化重质产物组分分析 溶剂萃取法

Coal direct liquefaction—Determination of constituents of heavy products—
Solvent extract

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/TC 42)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:谷小会、李培霖、钟金龙、毛学锋、张晓静、杜淑凤、吴艳、李伟林、胡发亭。

煤炭直接液化 液化重质产物组分分析 溶剂萃取法

1 范围

本标准规定了煤炭直接液化重质产物组分分析的术语和定义、方法提要、试剂和材料、仪器设备、测定步骤、结果计算、方法精密度和试验报告。

本标准适用于煤炭直接液化重质产物的组分分析。

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

重质产物 heavy product

煤炭直接液化生成的残渣或常温下为固体的其他液化产物。

3.3

液化油 liquefied oil

煤炭直接液化产物中可溶于正己烷的组分。

3.4

沥青烯 asphaltene

煤炭直接液化产物中不溶于正己烷而溶于甲苯的组分。

3.5

前沥青烯 preasphaltene

煤炭直接液化产物中不溶于甲苯而溶于四氢呋喃的组分。

4 方法提要

将粒度小于 0.2 mm 的试样置于滤纸筒中用正己烷萃取,将正己烷不溶物干燥至质量恒定,根据干燥后不溶物的质量,计算出正己烷不溶物的质量分数。按照相同的方法,将正己烷不溶物用甲苯进行萃取,测定甲苯不溶物的质量分数。同样,将粒度小于 0.2 mm 的试样置于滤纸筒中用四氢呋喃萃取,将

四氢呋喃不溶物干燥至质量恒定,根据干燥后不溶物的质量,计算出四氢呋喃不溶物的质量分数。最后根据正己烷不溶物质量分数、甲苯不溶物质量分数和四氢呋喃不溶物质量分数来计算出液化重质产物中液化油、沥青烯和前沥青烯的质量分数。

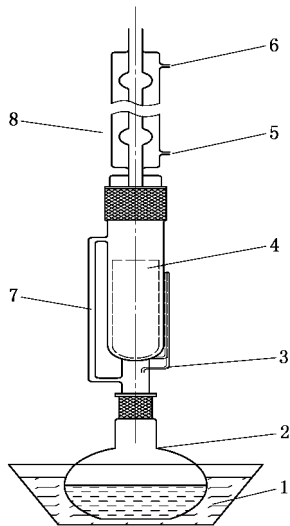
5 试剂和材料

- 5.1 正己烷:分析纯。
- 5.2 甲苯:分析纯。
- 5.3 四氢呋喃:分析纯。
- 5.4 甲基硅油:运动黏度 $0.02 \text{ m}^2/\text{s}(20 \text{ }^\circ\text{C})$ 。
- 5.5 滤纸筒:内径 33 mm,高度 120 mm,由中速定量滤纸制成。
- 5.6 脱脂棉。
- 5.7 称量瓶:与滤纸筒配套使用。
- 5.8 广口瓶:500 mL,带盖。

6 仪器设备

- 6.1 鼓风干燥箱:控温范围 室温 $\sim$ 200 $^\circ\text{C}$;控温精度 $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 6.2 真空干燥箱:控温范围 室温 $\sim$ 250 $^\circ\text{C}$;控温精度 $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$;真空度不大于 $1.33 \times 10^3 \text{ Pa}$ 。
- 6.3 分析天平:分度值 0.1 mg。
- 6.4 干燥器:内带干燥剂。
- 6.5 恒温油浴:加热介质是甲基硅油;控温精度 $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 6.6 超声波振荡器:控温范围是室温 $\sim$ 100 $^\circ\text{C}$;超声波频率(20 $\sim$ 25)kHz。
- 6.7 索氏萃取装置

由索氏萃取器、平底烧瓶和冷凝器等组成(图 1)。



说明:

- | | | |
|----------|-------------|-------------|
| 1——油浴; | 4——滤纸筒; | 7——气体上升管; |
| 2——平底烧瓶; | 5——冷却水的入水口; | 8——球形回流冷凝器。 |
| 3——回流管; | 6——冷却水的出水口; | |

图 1 索氏萃取装置示意图

6.7.1 索氏萃取器:内径 45 mm~55 mm。

6.7.2 平底烧瓶:500 mL,瓶口直径 28 mm~30 mm。

6.7.3 冷凝器:球形,末端磨口与萃取器配合,并带两个对称的小孔,水套长度至少 300 mm。

7 分析试样制备

将煤液化重质产物样品破碎至小于 3 mm,缩分出约 50 g,研磨至小于 0.2 mm 作为分析试样,备用。

8 测定步骤

8.1 正己烷不溶物的测定

8.1.1 样品的称量

取约 0.5 g 脱脂棉,分成大约相等的两部分,一部分放于滤纸筒中做成漏斗形,另一部分置于滤纸筒的上部,然后将滤纸筒放到称量瓶中,在鼓风干燥箱中于 100 °C~105 °C 下干燥至质量恒定(连续两次干燥质量之差不超过 0.002 0 g),记录质量(m_1)。称取分析试样(1 ± 0.1)g(m),准确至 0.000 2 g,从滤纸筒中取出上部的脱脂棉,将试样放入滤纸筒中,再将脱脂棉置于滤纸筒的上部。

8.1.2 样品的预分散

将称好样品的滤纸筒放入装有正己烷的带盖广口瓶中,瓶中正己烷的高度须高于滤纸筒中样品的高度,盖上瓶盖,将广口瓶放入超声波振荡器中,在 55 °C 下振荡至少 30 min。

8.1.3 样品萃取

把滤纸筒移入索氏萃取器,将广口瓶中的正己烷溶剂倒入平底烧瓶中,补充烧瓶中的溶剂使溶剂量为烧瓶容积的 2/3,将萃取器放入预热的恒温油浴中,按图 1 所示装好索氏萃取装置。打开冷却水,控制油浴温度使正己烷溶剂平均 6 min 左右回流一次,直至滤纸筒中渗出的溶剂近无色,通常萃取时间不少于 48 h。

8.1.4 干燥恒重

萃取结束后停止油浴加热,待油浴冷却后将萃取器移出,取出滤纸筒,放入烧杯中,在通风橱中待正己烷溶剂挥尽后,放入称量瓶,将称量瓶置于真空干燥箱中,于 100 °C~105 °C 干燥至少 3 h,取出称量瓶并盖好瓶盖,置于干燥器中冷却至室温,称量。然后进行检查性干燥,每次 1 h,直到最后两次称量结果之差不超过 0.002 0 g,以最后一次称量的质量作为结果计算的依据(m_2)。

8.2 甲苯不溶物的测定

8.2.1 样品的预分散

将正己烷不溶物滤纸筒放入装有甲苯的带盖广口瓶中,瓶中甲苯的高度须高于滤纸筒中样品的高度,盖上瓶盖,将广口瓶放入超声波振荡器中,在 55 °C 下振荡至少 30 min。

8.2.2 甲苯的萃取

将滤纸筒移入索氏萃取器,将广口瓶中的甲苯溶剂倒入平底烧瓶中,补充烧瓶中的溶剂使溶剂量为烧瓶容积的 2/3,将萃取器放入预热的恒温油浴中,按图 1 所示装好索氏萃取装置。打开冷却水,控制

油浴温度使得甲苯溶剂平均 6 min 左右回流一次,直至滤纸筒中渗出的溶剂近无色,通常萃取时间不少于 24 h。

8.2.3 干燥恒重

萃取结束后停止油浴加热,待油浴冷却后将萃取器移出,取出滤纸筒,放入烧杯中,在通风橱中待甲苯挥尽后,放入称量瓶,将称量瓶置于真空干燥箱中,于 100 ℃~105 ℃干燥至少 3 h,或置于鼓风干燥箱中,于 110 ℃~115 ℃干燥至少 2 h,取出称量瓶并盖好瓶盖,置于干燥器中冷却至室温,称量。然后进行检查性干燥,每次 30 min,直到最后两次称量结果之差不超过 0.002 0 g,以最后一次称量的质量作为结果计算的依据(m_3)。

8.3 四氢呋喃不溶物的测定

8.3.1 样品称量

取约 0.5 g 脱脂棉,分成大约相等的两部分,一部分放于滤纸筒中做成漏斗形,另一部分置于滤纸筒的上部,然后将滤纸筒放到称量瓶中,在鼓风干燥箱中于 100 ℃~105 ℃下干燥至质量恒定(连续两次干燥质量之差不超过 0.002 0 g),记录质量(m_4)。称取分析试样(1 ± 0.1)g(m_5),准确至 0.000 2 g,从滤纸筒中取出上部的脱脂棉,将试样放入滤纸筒中,再将脱脂棉置于滤纸筒的上部。

8.3.2 样品的预分散

将称好样品的滤纸筒放入装有四氢呋喃的带盖广口瓶中,瓶中四氢呋喃的高度须高于滤纸筒中样品的高度,盖上瓶盖,将广口瓶放入超声波振荡器中,在 55 ℃下振荡至少 30 min。

8.3.3 萃取

把滤纸筒移入索氏萃取器,将广口瓶中的四氢呋喃溶剂倒入平底烧瓶中,补充烧瓶中的溶剂使溶剂量为烧瓶容积的 2/3,将萃取器放入预热的恒温油浴中,按图 1 所示装好索氏萃取装置。打开冷却水,控制油浴温度使四氢呋喃溶剂平均 6 min 左右回流一次,直至滤纸筒中渗出的溶剂近无色,通常萃取时间为 4 h~8 h。

8.3.4 干燥恒重

萃取结束后停止油浴加热,待油浴冷却后将萃取器移出,取出滤纸筒,放入烧杯中,在通风橱中,待四氢呋喃溶剂挥尽后,放入称量瓶。将称量瓶置于真空干燥箱中,于 100 ℃~105 ℃干燥至少 3 h,取出称量瓶并盖好瓶盖,置于干燥器中冷却至室温,称量。然后进行检查性干燥,每次 1 h,直到最后两次称量结果之差不超过 0.002 0 g,以最后一次称量的质量作为结果计算的依据(m_6)。

9 结果计算

9.1 重质产物中液化油的计算

9.1.1 正己烷不溶物质量分数 HI 按式(1)计算:

$$HI = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

HI ——试样中正己烷不溶物的质量分数(%);

m_2 ——称量瓶、滤纸筒、脱脂棉和正己烷不溶物的质量之和,单位为克(g);

m_1 ——称量瓶、滤纸筒和脱脂棉的质量之和,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

9.1.2 重质产物中液化油的质量分数 X_0 按式(2)计算:

$$X_0 = 100 - HI \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X_0 ——重质产物中液化油的质量分数(%)。

9.2 重质产物中沥青烯的计算

9.2.1 甲苯不溶物的质量分数 TI 按式(3)计算:

$$TI = \frac{m_3 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

TI ——试样中甲苯不溶物的质量分数(%);

m_3 ——称量瓶、滤纸筒、脱脂棉和甲苯不溶物的质量之和,单位为克(g)。

9.2.2 重质产物中沥青烯的质量分数 X_{asp} 按式(4)计算:

$$X_{asp} = HI - TI \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

X_{asp} ——重质产物中沥青烯的质量分数(%)。

9.3 重质产物中前沥青烯的计算

9.3.1 四氢呋喃不溶物的质量分数 $THFI$ 按式(5)计算:

$$THFI = \frac{m_6 - m_4}{m_5} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$THFI$ ——试样中四氢呋喃不溶物的质量分数(%);

m_6 ——称量瓶、滤纸筒、脱脂棉和四氢呋喃不溶物的质量之和,单位为克(g);

m_4 ——称量瓶、滤纸筒和脱脂棉的质量之和,单位为克(g);

m_5 ——试样的质量,单位为克(g)。

9.3.2 重质产物中前沥青烯的质量分数 X_{preasp} 按式(6)计算:

$$X_{preasp} = TI - THFI \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

X_{preasp} ——重质产物中前沥青烯的质量分数(%)。

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表 1 中的规定。

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表 1 中的规定。

表 1 煤炭直接液化重质产物组分分析的方法精密度

项目	重复性限/%	再现性限/%
正己烷不溶物	2.0	3.5
甲苯不溶物	2.0	3.5
四氢呋喃不溶物	2.0	3.5

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。
-