

中华人民共和国国家标准

GB/T 29748—2013

煤炭直接液化 液化残渣灰分的测定方法

Coal direct liquefaction—Determination of ash in coal liquefaction residue

2013-09-18 发布

2014-03-01 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《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》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：钟金龙、毛学锋、谷小会、杜淑凤、胡发亭、赵鹏、王勇、李文博。

煤炭直接液化 液化残渣灰分的测定方法

1 范围

本标准规定了测定煤炭直接液化残渣灰分的术语和定义、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残渣灰分的测定。

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—2009 煤化工用煤技术导则

3 术语和定义

GB/T 23251—2009 界定的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,包含重质液化油、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

液化残渣灰分 coal liquefaction residue ash

液化残渣在规定条件下完全燃烧后所得残留物占液化残渣的质量分数。

4 方法提要

称取一定量的液化残渣试样,放入马弗炉中,以一定的速度升温至 500 ℃并停留 30 min,继续升温至 850 ℃,灼烧至质量恒定,以灼烧后残留物质量占试样的质量分数作为液化残渣的灰分。

5 试剂和材料

5.1 坩埚:瓷质,50 mL。口外径 52 mm,高 46 mm,底外径 30 mm(见图 1)。

单位为毫米

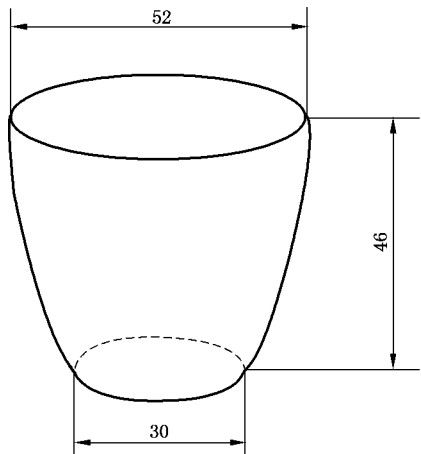


图 1 坩埚

- 5.2 干燥器:内装硅胶或粒状无水氯化钙。
- 5.3 耐热瓷板或石棉板。

6 仪器设备

6.1 马弗炉

炉膛具有足够的恒温区,能够保持温度在 $(850\pm10)^{\circ}\text{C}$,炉后壁的上部带有直径 25 mm~30 mm 的烟囱,下部离炉膛底 20 mm~30 mm 处有插热电偶的小孔。马弗炉的恒温区应在炉门关闭条件下测定,并至少每年测定一次。高温计每年校准一次。马弗炉上方应有通风装置。

6.2 分析天平

分度值 0.1 mg。

7 分析试样制备

将液化残渣样品破碎至粒度小于 3 mm,缩分出一定量(一般为 50 g),破碎至 0.2 mm 以下作为分析试样,备用。

8 测定步骤

- 8.1 在预先灼烧至质量恒定的坩埚中,称取粒度小于 0.2 mm 的残渣试样 $(1\pm0.1)\text{g}(m)$,准确至 0.000 2 g,摊平。
- 8.2 将坩埚在室温下送入马弗炉恒温区中,关上炉门并使炉门留有 15 mm 左右的缝隙,在 60 min 左右的时间将炉温缓慢升至 500°C ,并在此温度下保持 30 min,然后关上炉门,在不少于 30 min 内继续升温到 $(850\pm10)^{\circ}\text{C}$,并在此温度下灼烧 1 h。
- 8.3 取出坩埚,放在耐热瓷板或石棉板上,在空气中稍冷后移入干燥器中冷却至室温后称量 (m_1) 。
- 8.4 在 $(850\pm10)^{\circ}\text{C}$ 下进行检查性灼烧,每次 20 min,直到连续 2 次灼烧后的质量之差不超过 0.001 0 g 为止,以最后一次灼烧后的质量为计算依据。

9 结果计算

液化残渣灰分的质量分数按式(1)计算:

$$A = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A ——残渣灰分的质量分数, %;

m_1 ——灼烧后残留物的质量, 单位为克(g);

m ——残渣试样的质量, 单位为克(g)。

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 0.3%。

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 0.5%。

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。
-