

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

煤基费托合成 软蜡

Coal based Fischer-Tropsch synthesis—Soft wax

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(报批稿)

(本稿完成日期：2020年11月13日)

2020 - XX - XX 发布

2020 - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国煤化工标准化技术委员会煤制化学品分技术委员会（SAC/TC469/SC2）归口。

本文件起草单位：国家能源集团宁夏煤业有限责任公司、中科合成油技术有限公司、内蒙古伊泰集团有限公司、西南化工研究设计有限公司、山西潞安化工有限公司、内蒙古中磁稀土应用技术开发有限公司。

本文件主要起草人：张勤、杨丽坤、魏萍、朱静、张玉柱、胡学斌、杨惠珍、李英、赵艳莉、谭依玲、李俊诚、王黎、王藤。

煤基费托合成 软蜡

1 范围

本文件界定了煤基费托合成软蜡的术语和定义、规定了技术要求和试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存的要求。

本文件适用于煤基费托合成工艺生产的软蜡。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 260 石油产品水含量的测定 蒸馏法

GB/T 511 石油和石油产品及添加剂机械杂质测定法

GB/T 3634.2 氢气 第2部分：纯氢、高纯氢和超纯氢

GB/T 4756 石油液体手工取样法

GB/T 4844 纯氮、高纯氮和超纯氮

GB/T 6536 石油产品常压蒸馏特性测定法

GB 8025 石油蜡和石油脂微量硫测定法(微库仑法)

GB/T 8979 纯氮、高纯氮和超纯氮

GB/T 9168 石油产品减压蒸馏测定法

NB/SH/T 0164 石油及相关产品包装、贮运及交货验收规则

SH/T 0689 轻质烃及发动机燃料和其他油品的总硫含量测定法（紫外荧光法）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

煤基费托合成软蜡 Coal based Fischer-Tropsch synthesis—Soft wax

以煤基合成气为原料，经费托合成、加氢精制、分馏得到的以正构烷烃为主的液态烃类和固态烃类混合物。

4 技术要求和试验方法

煤基费托合成软蜡的技术要求和试验方法应符合表1的规定。

表1 煤基费托合成软蜡的技术要求和试验方法

项目	技术要求	试验方法
馏程 ^{a、b} ：		
初馏点/℃	不低于	200
50%回收温度/℃		报告
90%回收温度/℃	不高于	460
正构烷烃含量（质量分数）/%	不小于	85.0
		附录 A
总硫含量 ^{c、d} /（mg/kg）	不大于	2.0
		SH/T 0689
		GB/T 8025
机械杂质 ^e （质量分数）/%		无
		GB/T 511
水含量 ^f （体积分数）/%		痕迹
		GB/T 260
^a 试样 90%回收温度低于 400℃时，馏程的测定采用方法 GB/T 6536。 ^b 试样 90%回收温度高于 400℃时，馏程的测定采用方法 GB/T 9168。 ^c 试样 90%回收温度低于 400℃时，总硫的测定采用方法 SH/T 0689。 ^d 试样 90%回收温度高于 400℃时，总硫的测定采用方法 GB/T 8025。 ^e 可用目测法，即将试样注入 100mL 玻璃量筒中，在 (70±10)℃ 下观察，应当透明，没有悬浮物和机械杂质。结果有异议时，以 GB/T 511 为仲裁方法。 ^f 可用目测法，即将试样注入 100mL 玻璃量筒中，在 (70±10)℃ 下观察，应当透明，没有水。结果有异议时，以 GB/T 260 为仲裁方法。		

5 检验规则

5.1 检验分类和检验项目

本文件产品检验为出厂检验。出厂检验项目为表1规定的所有检验项目。

5.2 组批

在原材料、工艺不变的条件下，一周内连续或不连续生产的实际批为1个组批。

5.3 取样

按GB/T 4756执行。每批产品取2L样品作为检验和留样用。

5.4 判定规则

出厂检验结果全部符合本文件表 1 中的技术要求，则判定该批产品合格。

5.5 复检规则

检验结果中如有指标不符合本文件表1中的技术要求，应重新取2倍量的试样进行复检；复检结果中如有指标不符合本文件表1中的技术要求，则判定该批产品不合格。

6 标志、包装、运输及贮存

煤基费托合成软蜡的标志、包装、运输及贮存按NB/SH/T 0164的规定执行。

附录 A (规范性)

煤基费托合成软蜡正构烷烃含量的测定 气相色谱法

A.1 方法概要

在选定的色谱条件下,将试样注入气相色谱仪,汽化的试样在色谱柱中按照沸点高低进行分离后进入到氢火焰离子化检测器检测,检测的信号通过基线维持积分和谷谷积分处理后,以各组分的保留时间定性,峰面积归一化法定量,得到正构烷烃含量。

A.2 试剂和材料

A.2.1 载气:高纯氦气,符合 GB/T 4844。

A.2.2 辅助气:高纯氮气,符合 GB/T 8979。

A.2.3 辅助气:高纯氢气,符合 GB/T 3634.2。

A.2.4 辅助气:零级空气,流量参照相应的仪器说明书。

A.2.5 标准样品:含 $C_8 \sim C_{30}$ 正构烷烃,其中 $C_8 \sim C_{24}$ 需包含每个碳数的正构烷烃, $C_{24} \sim C_{30}$ 需包含范围内偶碳数的正构烷烃,纯度大于 99.0%。

A.2.6 标准样品:含有 $C_8 \sim C_{50}$ 正构烷烃,其中 $C_8 \sim C_{24}$ 需包含每个碳数的正构烷烃, $C_{24} \sim C_{50}$ 需包含范围内偶碳数的正构烷烃,纯度大于 99.0%。

A.2.7 二硫化碳,色谱纯。

A.3 仪器

A.3.1 气相色谱仪

具有程序升温功能,配有分流不分流进样口或者冷柱头进样口、氢火焰离子化检测器和数据处理色谱工作站。

A.3.2 色谱柱

采用甲基交联硅氧烷作固定相的熔融石英毛细管柱,或其它等效色谱柱。

A.4 样品测定

A.4.1 样品制备

加热样品至完全融化,摇匀,称取约 0.1 克样品,加入 1.0 克二硫化碳(见 A.2.7),使试样完全溶解,待测。

A.4.2 操作条件

推荐的典型操作条件见表 A.1。

表 A.1 煤基费托合成软蜡正构烷烃含量的测定典型操作条件

色谱仪	仪器参数	典型色谱条件 a	典型色谱条件 b
进样系统	进样口类型	分流/不分流进样口	冷柱头进样口
	分流比	150:1	—
	载气 (He) 流量/压力	3mL/min	22kPa (保持 120min) → 0.5kPa/min → 50kPa
	气化室温度/°C	290°C	100°C → 10°C/min → 375°C
	进样量/μL	0.4	0.5
色谱柱	固定相	甲基交联硅氧烷	
	柱长/m	60	30
	内径/mm	0.32	0.53
	膜厚/μm	5.0	0.5
柱箱	程序升温方式	100°C (保持 0.5min) → 5.5°C/min → 280°C (保持 110min) → 5°C/min → 290°C (保持 30min)	60°C (保持 1.0min) → 2°C/min → 375°C (保持 60min)
检测器	检测器类型	火焰离子化	火焰离子化
	检测器温度/°C	320	400
	尾吹气流量/(mL/min)	He:25	N ₂ :25
注： 样品组分最大碳数小于等于 30 时，采用典型色谱条件 a；样品组分最大碳数大于 30 时，采用典型色谱条件 b。			

A. 4. 3 正构烷烃定性

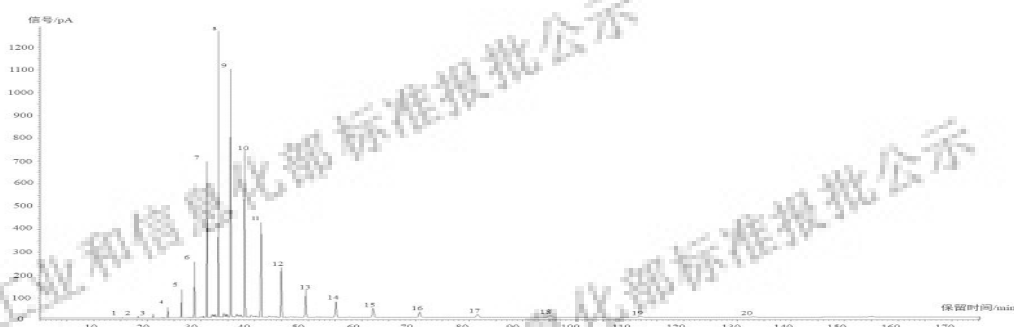
按表A.1设置色谱条件，将正构烷烃的定性标准溶液（见A.2.5或A.2.6）注入色谱仪，以保留时间定性。

A. 4. 4 空白基线

按表A.1设置色谱条件，将二硫化碳（见A.2.7）注入气相色谱仪，记录空白基线。

A. 4. 5 样品测定

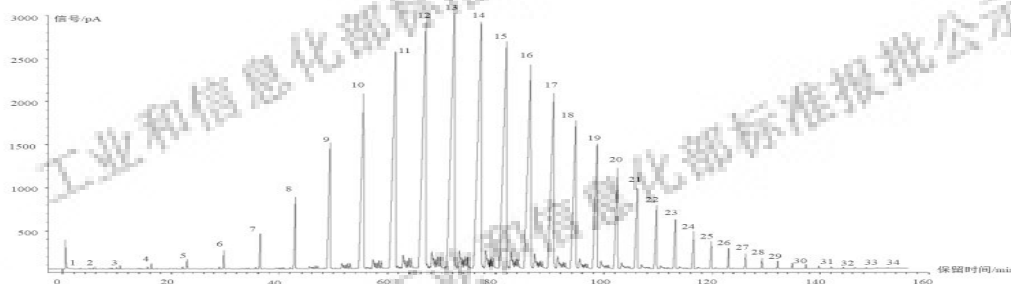
按表A.1设置色谱条件，将样品（见A.4.1）注入气相色谱仪，记录样品谱图，扣除空白基线用于积分计算。采用典型色谱条件a得到的典型谱图见图A.1，采用典型色谱条件b得到的典型谱图见图A.2。



标引序号说明:

1-C11; 2-C12; 3-C13; 4-C14; 5-C15; 6-C16; 7-C17; 8-C18; 9-C19; 10-C20; 11-C21; 12-C22; 13-C23; 14-C24;
15-C25; 16-C26; 17-C27; 18-C28; 19-C29; 20-C30;

图 A.1 煤基费托合成软蜡典型色谱图 a



标引序号说明:

1-C8; 2-C9; 3-C10; 4-C11; 5-C12; 6-C13; 7-C14; 8-C15; 9-C16; 10-C17; 11-C18; 12-C19; 13-C20; 14-C21;
15-C22; 16-C23; 17-C24; 18-C25; 19-C26; 20-C27; 21-C28; 22-C29; 23-C30; 24-C31; 25-C32; 26-C33; 27-C34;
28-C35; 29-C36; 30-C38; 31-C40; 32-C42; 33-C44; 34-C46;

图 A.2 煤基费托合成软蜡典型色谱图 b

A.4.6 积分

采用谷-谷积分形式对扣除空白基线后的检测信号进行积分(图 A.3 所示),得到每个正构烷烃色谱峰的面积;采用基线维持积分形式对扣除空白基线后的检测信号进行积分(图 A.4 所示),将所有色谱峰面积进行加和,得到所有色谱峰的总面积。

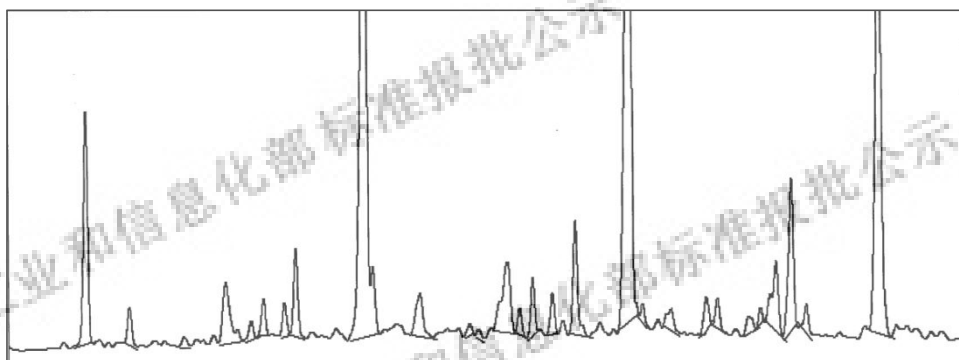


图 A.3 谷-谷积分形式

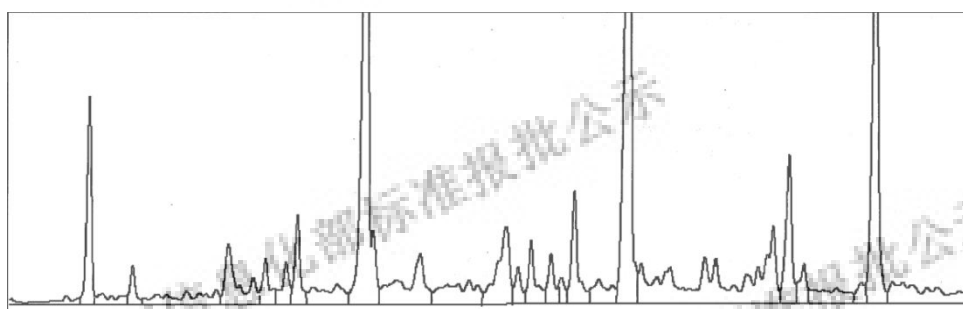


图 A.4 基线维持积分形式

A.5 结果计算

碳数 i 正构烷烃的质量分数 (C_i) 按式 (A.1) 计算:

$$C_i = \frac{A_i}{A} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

C_i — 碳数为 i 的正构烷烃质量分数, %;

A_i — 碳数为 i 的正构烷烃的峰面积, $\text{pA} \cdot \text{s}$;

A — 色谱峰总面积, $\text{pA} \cdot \text{s}$;

正构烷烃的含量 C 按式 (A.2) 计算:

$$C = \sum_{i=1}^n C_i \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

C — 总正构烷烃质量分数, %;

C_i —碳数为*i*的正构烷烃质量分数，%。

A.6 精密度

A.6.1 重复性

在同一实验室由同一操作者使用同一设备按照同一方法，对同一样品进行测试，两次测定结果平均差值不超过重复性限（*r*），见表A.2、表A.3。

表A.2 色谱条件a方法重复性限数据统计表

组分名称	浓度，%	重复性限 <i>r</i>
n-C ₈	0.1	0.01
	0.3	0.01
	0.9	0.03
n-C ₁₈	1.0	0.05
	5.0	0.11
	15.0	0.13

表A.3 色谱条件b方法重复性限数据统计表

组分名称	浓度，%	重复性限 <i>r</i>
n-C ₈	0.1	0.01
	0.3	0.01
	0.9	0.01
n-C ₁₈	1.0	0.05
	2.0	0.07
	5.0	0.10

A.6.2 再现性

在不同实验室由不同操作者使用不同设备按照同一方法，对同一样品进行测试，两次测定结果平均差值不超过再现性限（*R*），见表A.4、表A.5。

表A.4 色谱条件a方法再现性限数据统计表

组分名称	浓度，%	再现性限 <i>R</i>
n-C ₈	0.1	0.01
	0.5	0.04
	1.0	0.07
n-C ₁₈	1.0	0.07
	2.0	0.07
	5.0	0.12

表 A.5 色谱条件 b 方法再现性限数据统计表

组分名称	浓度, %	再现性限 R
n-C ₈	0.1	0.01
	0.5	0.04
	1.0	0.07
n-C ₁₈	1.0	0.08
	2.0	0.10
	5.0	0.13

A.7 试验报告

报告中应至少包括下列内容:

- 试验对象 (包括样品的名称、编号、采样点、采样日期和时间等);
- 所使用的标准文件 (包括发布或出版年号);
- 测定结果;
- 分析人员和审核人员的姓名;
- 测定时观察到的异常现象及说明;
- 测定日期。