

ICS 73.040  
D 21



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 30044—2013

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

中华人民共和国  
国家标准  
煤炭直接液化 液化重质产物组分分析  
溶剂萃取法  
GB/T 30044—2013

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字  
2014年5月第一版 2014年5月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-48408 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 30044-2013

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  
中国国家标准化管理委员会 发布

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。
- 

## 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。

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( $1 \pm 0.1$ )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(%);

## 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