

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

代替 XX/T

煤气化灰水阻垢分散剂阻垢性能测定方法

Determination of scale-resisting performance of gray water dispersant by coal
gasification

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

20220913

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会（SAC/TC63/SC5）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

煤气化灰水阻垢分散剂阻垢性能测定方法

1 范围

本文件描述了煤气化灰水阻垢分散剂阻垢性能的测定方法。

本文件适用于煤气化系统阻垢分散剂阻碳酸钙垢性能的评测。本文件也适用于煤气化系统阻垢分散剂配方的筛选。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

根据某一特定煤气化灰水水质，分别配制一定量的碳酸氢根溶液及钙离子溶液。将阻垢分散剂与钙离子溶液混合后先进行高温热解前处理，然后在毛细管动态阻垢压差测试仪中与碳酸氢根溶液预热后混合，混合后的溶液进入毛细管，模拟垢的形成过程。在一定温度压力下，随着时间的推移，成垢物质的不断增加，毛细管管道压差逐渐上升，当压差达到设定值时，试验停止。通过系统运行时间的长短，判定煤气化灰水阻垢分散剂的阻垢性能优劣。相同水质条件和相同加药浓度下，运行时间越长，表明该药剂阻垢性能越好。

5 试剂或材料

警告：本方法所使用的强酸、强碱具有腐蚀性，使用时避免吸入或接触皮肤。溅到身上立即用大量水冲洗，严重时立即就医。

5.1 本文件所用试剂和水，除非另有规定，应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682—2008 三级水的规定。试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有特殊注明时，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.2 氢氧化钾溶液：200g/L。

5.3 硼砂缓冲溶液：pH≈9，称取 3.80g 十水四硼酸钠 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 溶于水中并稀释到 1L。

5.4 碳酸氢钠标准溶液：1mL 约含 18.3mgHCO_3^- ，按下列步骤配制并标定：

- 制备：称取 25.2g 碳酸氢钠置于 100mL 烧杯中，用水溶解，全部转移至 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。
- 标定：移取 5.00mL 碳酸氢钠标准溶液置于 250mL 锥形瓶中，加约 50mL 水，3~5 滴溴甲酚绿—甲基红指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由浅蓝色变为紫色即为终点。
- 计算：碳酸氢根离子 (HCO_3^-) 含量以质量浓度 ρ_1 计，数值以 mg/mL 表示，按式(1)计算：

$$\rho_1 = \frac{V_1 c M}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_1 ——滴定中消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——盐酸标准滴定溶液实际浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——所取碳酸氢钠标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=5.00$ ）；

M ——碳酸氢根离子（ HCO_3^- ）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=61.00$ ）。

5.5 氯化钙标准溶液：1mL 约含有 20mg Ca^{2+} ，按下列步骤制备并标定：

a) 制备：称取 111g 无水氯化钙置于 100mL 烧杯中，用水溶解，全部转移至 2000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

b) 标定：移取 5.00mL 氯化钙标准溶液稀释至 1000mL 容量瓶中，再从中移取 25mL 置于 250mL 锥形瓶中，加约 80mL 水、5mL 氢氧化钾溶液和约 0.1g 钙-羧酸指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为亮蓝色即为终点。

c) 计算：钙离子（ Ca^{2+} ）的含量以质量浓度 ρ_2 计，数值以 mg/mL 表示，按式(2)计算：

$$\rho_2 = \frac{V_1 c M}{V} \times 40 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_1 ——滴定中消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——所取氯化钙标准溶液体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=5.00$ ）；

M ——钙离子（ Ca^{2+} ）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=40.08$ ）。

5.6 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： c （EDTA）约 0.01mol/L。

5.7 盐酸标准滴定溶液： c （HCl）约 0.1mol/L。

5.8 钙-羧酸指示剂：称取 0.2g 钙-羧酸指示剂[2-羟基-1(2-羟基-4-磺基-1-萘偶氮)-3-萘甲酸]与 100g 氯化钾混合研磨均匀，贮存于磨口瓶中。

5.9 溴甲酚绿-甲基红指示液。

5.10 灰水阻垢分散剂溶液：1.00mL 含有 0.500mg 水处理剂（以干基计）。采用水分测定仪测试药剂固含量。

5.11 酸性清洗液：量取 50mL 冰醋酸，用水溶解，全部转移至 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6 仪器设备

6.1 毛细管动态压差测试仪

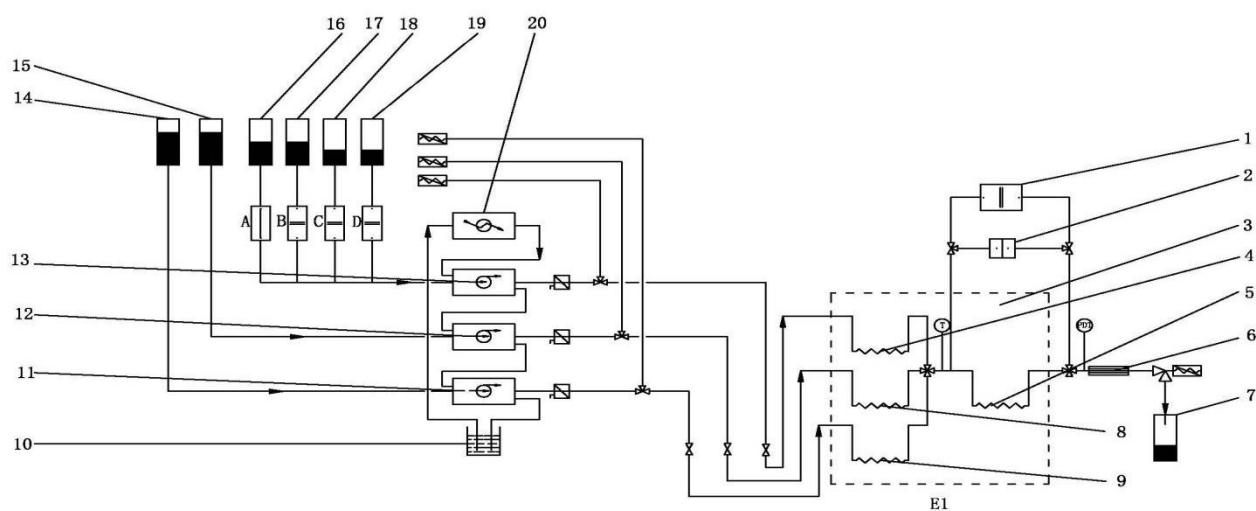
测试仪示意图见图1，压差测量范围0~69KPa，工作压力0~34.5MPa，由进样系统、电热烘箱、测量系统及废液回收装置组成：

——进样系统：由阳离子溶液罐、阴离子溶液罐和计量泵组成，计量泵流量在 0~10mL/min 可调；

——电热烘箱：最高温度可达 300℃，温度在室温~300℃连续可调，控温精度±3℃；

——测量系统：主要包括阴阳离子预热线圈、毛细管和压差变送器，示意图见图 2，其中毛细管内径为 1.1mm，长度为 1m，材质为 316L 不锈钢；

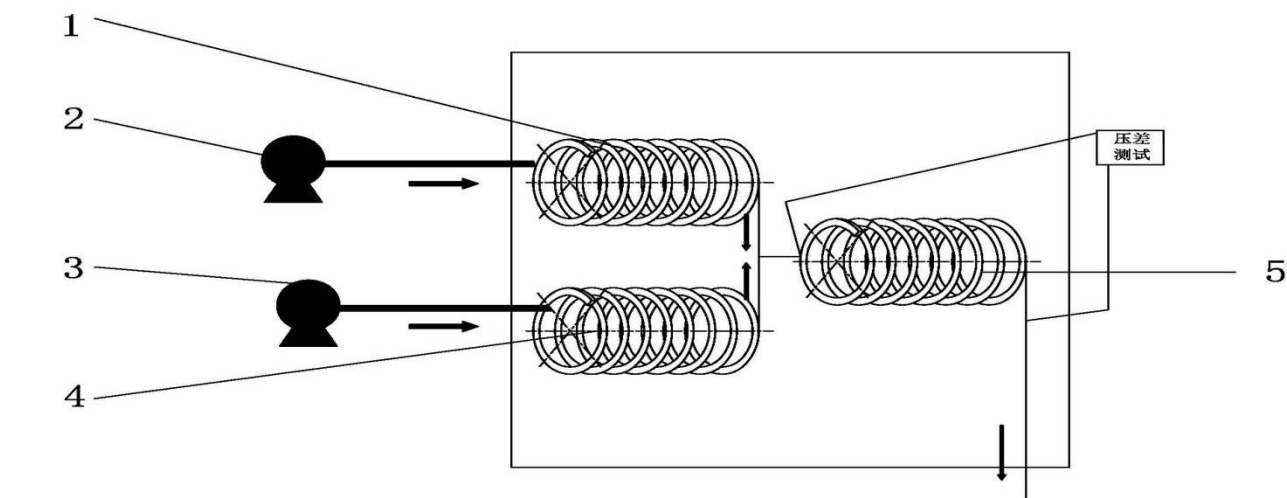
——废液回收装置：由废液冷却器和废液收集罐组成。



标引序号说明：

- 1——压力变送器；
- 2——平衡阀；
- 3——电热烘箱；
- 4——阴离子进样管（阴离子预热线圈）；
- 5——毛细管；
- 6——废液冷却器；
- 7——废液收集罐；
- 8——清洗液管；
- 9——阳离子进样管（阳离子预热线圈）；
- 10——冷却水槽；
- 11、12、13——计量泵；
- 14——阳离子溶液罐；
- 15——冲洗水罐；
- 16——阴离子溶液罐；
- 17——酸洗水罐；
- 18——冲洗水罐；
- 19——碱洗水罐；
- 20——冷却水泵。

图1 毛细管动态压差测试仪示意图



标引序号说明：

- 1——阳离子预热线圈；
- 2——阳离子计量泵；
- 3——阴离子计量泵；
- 4——阴离子预热线圈；
- 5——毛细管。

图2 测试系统示意图

也可采用同等效果的测试仪。

7 试验步骤

7.1 试验准备

- 7.1.1 阳离子与药剂混合溶液配制：在 500mL 容量瓶中加入 250mL 水，用滴定管加入一定体积的氯化钙标准溶液，使钙离子（ Ca^{2+} ）的量为 400mg，移入一定体积的灰水阻垢分散剂溶液，摇匀。滴加硼砂缓冲溶液，至溶液 pH 值为 8.0~8.2，用水稀释至刻度并摇匀。或按现场水质的阳离子浓度进行配制。
- 7.1.2 阳离子与药剂混合溶液前处理：在室温下，将混合溶液装入高温高压反应罐中放入烘箱，从室温下开始升温到 250℃ 后，开始计时，放置 15min 后取出，待溶液冷却后转移至进样系统的阳离子溶液罐中。
- 7.1.3 阴离子溶液配制：在 500mL 容量瓶中加入 250mL 水，用滴定管加入一定体积的碳酸氢钠标准溶液，使碳酸氢根（ HCO_3^- ）的量为 20mmol，用水稀释至刻度并摇匀。全部转移至进样系统的阴离子溶液罐中。或按现场水质的阴离子浓度进行配制。
- 7.1.4 仪器设置：各清洗液也分别置于相应的溶液罐中。按仪器说明书开启电源，并进行仪器参数设置。设定阳离子与药剂混合溶液、阴离子流量均为 4mL/min，烘箱温度设定为 140℃，系统压力设为 4.0Mpa，测试阻垢压差定为 5psi。

7.2 测定

电热烘箱开始加热升温，达到 140℃ 开始测试并计时。当压差达到 5psi 或者测试实验时间达到 1h 时，测试停止，记录运行时间。

7.3 清洗

测试停止后，仪器自动进入清洗程序。

7.4 空白试验

除不加灰水阻垢分散剂溶液外，按 7.1~7.3 操作。

7.5 试验结束

等待烘箱温度降至室温，关闭测试软件，断开仪器电源。

8 试验结果的表述

记录每一秒的压差值，并以时间为横坐标，压差为纵坐标，绘制被测药剂的压差-时间曲线，示意图见图3，并按表1记录试验数据。

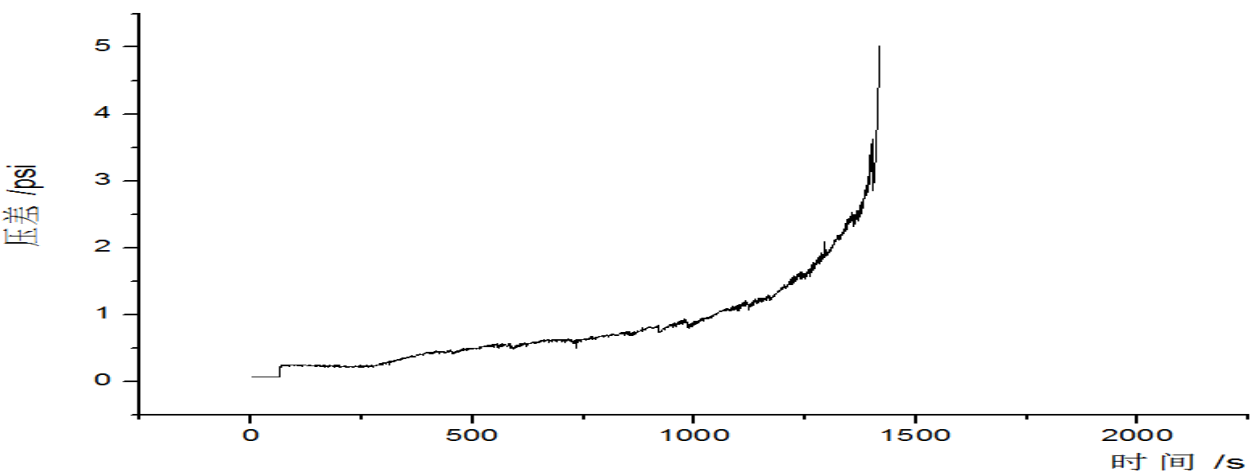


图3 压差-时间曲线

表1 试验记录

阻垢分散剂	空白	1#	2#	3#	4#
试验压差/psi					
投加浓度/ (mg/L, 以干基计)					
运行时间/s					

9 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的5%。
