

ICS 75.100
E 34



中华人民共和国国家标准

GB/T 23800—2009

有机热载体热稳定性测定法

Heat transfer fluids—Determination of thermal stability

2009-05-18 发布

2009-11-01 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

前 言

本标准修改采用德国国家标准 DIN 51528:1998《未使用过的热传导液热稳定性测定法》(英文版)。本标准根据 DIN 51528:1998 重新起草。

为了适合我国国情,本标准在采用 DIN 51528:1998 时进行了修改。本标准与 DIN 51528:1998 的主要技术差异如下:

- 标准名称修改为“有机热载体热稳定性测定法”;
- 温度单位由 K 改为℃;
- 增加对试样及仪器称量精度的要求;
- 玻璃安瓿的最小容积由 5 mL 增加至 15 mL;
- 增加加热后试样外观的报告;
- 增加气相色谱分析要求;
- 6.1.1 增加保证温度均匀分布;
- 每种试样的试验时间由不少于 480 h 修改为不少于 720 h。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会(SAC/TC 280/SC 1)归口。

本标准起草单位:中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院。

本标准主要起草人:康茵、梁红、金珂。

有机热载体热稳定性测定法

1 范围

1.1 本标准规定了未使用过的有机热载体热稳定性的试验方法,包括常压下最高使用温度高于其沸点的有机热载体。

1.2 本标准未对有机硅类热载体的适用性作出评价。

1.3 本标准涉及某些有危险性的物质、操作和设备,无意对与此有关的所有安全问题提出建议。因此,在使用本标准之前应建立适当的安全和防护措施,并确定相关规章限制的适用性。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

HG/T 3115 硼硅酸盐玻璃 3.3 的性能(HG/T 3115—1998, idt ISO 3585:1991)

SH/T 0558—1993 石油馏分沸程分布测定法(气相色谱法)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

有机热载体 heat transfer fluids

有机热载体是作为传热介质使用的有机物质的统称。

注:有机热载体包括被称为热传导液(heat transfer fluids)、导热油(hot oils)、有机传热介质(organic heat carriers)、热媒(heating media)等用于间接传热目的的所有有机介质。

3.2

热稳定性 thermal stability

有机热载体在高温下抵抗化学分解的能力。

注:随着温度的升高,有机热载体将发生化学反应或分子重排,所生成的气相分解产物、低沸物、高沸物和不能蒸发的产物将影响有机热载体的使用性能。

3.3

气相分解产物 gaseous decomposition products

常压下其沸点在室温以下的物质,如氢气和甲烷。

3.4

低沸物 low-boiling components

通过模拟蒸馏方法测得加热后试样的沸程在未使用有机热载体初馏点以下的物质。

3.5

高沸物 high-boiling components

通过模拟蒸馏方法测得加热后试样的沸程在未使用有机热载体终馏点以上的物质。

3.6

不能蒸发的产物 nonvolatile decomposition products

不能通过模拟蒸馏方法分离出来的物质,它是球管蒸馏器在一定条件下定量测定出的残渣。

4 方法概要

4.1 将有机热载体在规定温度下加热,通过测定有机热载体的变质率,评价有机热载体的热稳定性。变质率为高沸物、低沸物、气相分解产物和不能蒸发产物的质量分数之和。气相分解产物的质量分数通常可忽略(见 7.5.1)。

4.1.1 未使用过的有机热载体可密封于放置在金属保护管中的玻璃安瓿中,或是加入钢制试验器中并进行密封。装有玻璃安瓿的金属保护管或钢制试验器在规定的试验温度下加热至规定时间,试验温度最好是处于被试验产品使用温度范围的上限之内。

4.1.2 加热至规定时间后,打开玻璃安瓿或钢制试验器,采用 SH/T 0558—1993 气相色谱方法测定高沸物和低沸物的质量分数。采用球管蒸馏器测定不能蒸发产物含量。

4.1.3 对有机热载体加热前后的试验结果进行比较。

5 意义和用途

5.1 在本标准规定的实验室条件下,本方法记录并反映了热作为温度和加热时间的函数对有机热载体的影响。试验结果提供了不同类型有机热载体在一定加热温度和加热时间下热稳定性的信息。

5.2 不能通过本方法试验结果外推获得在工业热传导装置中有机热载体性能的信息,因为在装置中有机热载体的性能还会受到其他材料、各种污染物、热量累积、循环系统中的温度及其他因素的影响。

6 仪器与材料

6.1 仪器

6.1.1 加热器:温度可控制在试验温度 ± 1 °C 范围内,并保证温度均匀分布。确保有机热载体的安全存放。

6.1.2 试验器:符合 HG/T 3115 的硼硅酸盐玻璃制成的玻璃安瓿,容积至少为 15 mL,带有可密封的钢制或其他金属制保护管,或为不锈钢制可密封的试验器。

6.1.3 气相色谱仪:符合 SH/T 0558—1993 要求。

6.1.4 球管蒸馏器:BUCHI B-580 型(也可采用符合 7.4.3 要求的其他型号)。

6.1.5 真空泵:压力可抽至 10 Pa 以下。

6.1.6 天平:感量为 0.1 mg。

6.1.7 杜瓦瓶:含有丙酮或异丙醇和干冰的混合物。

6.1.8 色谱柱:在测试条件下典型的石油烃能按沸点增加次序分离,以及柱分离度(见 SH/T 0558—1993 中 8.3)在 3~8 的毛细管色谱柱。

6.2 材料

6.2.1 氮气:纯度(质量分数)99.99%以上。

6.2.2 参考油:参考油 1 号或参考油 2 号,其沸程分布见 SH/T 0558—1993 附录 B。

7 试验步骤

7.1 试验准备

室温下,称量清洁干燥的玻璃安瓿或钢制试验器质量(m_1),精确至 0.1 mg。然后将试样装至约玻璃安瓿或钢制试验器容积的一半,再称重(m_2),精确至 0.1 mg。向玻璃安瓿或钢制试验器中通入氮气,排除所余空间的空气。小心地将玻璃安瓿密封后再称重(m_3),必要时冷却有机热载体,精确至 0.1 mg。然后将其置于保护管中。在准备过程中,不应加热试样。将保护管用螺旋帽盖紧后置于加热器中。或将钢制试验器密封后再称重(m_3),精确至 0.1 mg,然后将其放入加热器中。在试验器下面放置接收板防止有机热载体溢出。为保证试验结果的准确性,每种有机热载体至少应准备 3 个试样。

7.2 试样加热

从室温开始加热,当温度上升至低于试验温度 50 °C 时,将加热速率控制在 2 °C/min 以下。试验期间保持温度恒定,使有机热载体任何一点(包括试验器加热壁)的温度偏差不得超过试验温度的 ±1 °C 范围。试验时间为达到设置的试验温度至停止加热的时间,每种试样的试验时间不少于 720 h。试验温度和试验时间根据有关产品标准或规定的要求确定。然后根据 7.4 测定试样的变质率。

7.3 打开试验器

7.3.1 概述

待试验器冷却至室温后将其移出加热器,然后记录试样的外观,完成相应的称量。

根据试验温度和试验时间,打开玻璃安瓿或钢制试验器时,应采取适当的安全措施。

7.3.2 打开玻璃安瓿

将玻璃安瓿置于杜瓦瓶中,在丙酮或异丙醇和干冰混合物(约 -70 °C)的冷冻下,使其内部压力降低。经过 5 min~10 min,打开玻璃安瓿,在室温下使气体完全挥发,恢复至室温后,立即称量玻璃安瓿的质量(m_4),精确至 0.1 mg。称量时应包括所有的玻璃碎片,并去掉附着的冷凝水。将部分试样置于气相色谱瓶中作色谱分析,剩余试样贮存于密封性很好的玻璃瓶中用于其他分析。

7.3.3 打开钢制试验器

将钢制试验器置于杜瓦瓶中,在丙酮或异丙醇和干冰混合物(约 -70 °C)的冷冻下,使其内部压力降低。经过 5 min~10 min,小心打开钢制试验器的密封盖,在室温下使气体完全挥发,恢复至室温后,去掉附着的冷凝水。称量钢制试验器的质量(m_4),精确至 0.1 mg。将部分试样置于气相色谱瓶中作色谱分析,剩余试样贮存于密封性很好的玻璃瓶中用于其他分析。

7.4 分析

7.4.1 根据玻璃安瓿或钢制试验器打开前后的质量差确定气相分解产物含量。

7.4.2 采用 SH/T 0558—1993 气相色谱法模拟蒸馏确定加热前后试样的沸点范围。使用毛细管色谱柱。测定前,应先测定参考油的沸点范围。测定的参考油的沸点应满足 SH/T 0558—1993 方法重复性要求。以 SH/T 0558—1993 方法测定试样时,只报告终馏点为 538 °C 以前的馏分沸程分布结果,对于试样中高于 538 °C 的馏分,应按照 7.5.2 计算不能蒸发产物含量。

7.4.3 称量球管蒸馏器中空尾球的质量(m_5),精确至 0.1 mg。然后向尾球中滴加加热后的试样约 4 g,准确称量尾球加试样质量(m_6),精确至 0.1 mg。旋转球管蒸馏器中的球管,用真空泵抽真空,在蒸馏结束时压力应达到 10 Pa±0.2 Pa 以下。球管蒸馏器的温度慢慢加热至 250 °C,以使有机热载体在蒸馏过程中不要进一步热分解和避免沸腾滞后现象的发生,温度偏差不得超过试验温度的 ±1 °C 范围。继续蒸馏直到残余物质量恒定。称量试验后尾球(含残余物)的质量(m_7),精确至 0.1 mg。可用气相色谱评定蒸馏过程是否进行完全。残余物中仍能挥发的部分应小于有机热载体总质量的 0.1%。

7.5 评价

7.5.1 试样气相分解产物含量的计算

按式(1)计算试样气相分解产物质量分数 G , %:

$$G = (m_3 - m_4) / (m_2 - m_1) \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——空玻璃安瓿或钢制试验器质量,单位为克(g);

m_2 ——装有未加热试样的玻璃安瓿或钢制试验器质量,单位为克(g);

m_3 ——密封后玻璃安瓿或钢制试验器质量,单位为克(g);

m_4 ——打开后玻璃安瓿或钢制试验器质量,单位为克(g)。

注:试样气相分解产物质量分数在 0.5% 以下可忽略不计。

7.5.2 试样不能蒸发产物含量计算

按式(2)计算试样不能蒸发产物质量分数 U , %:

$$U = (m_7 - m_5) / (m_6 - m_5) \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

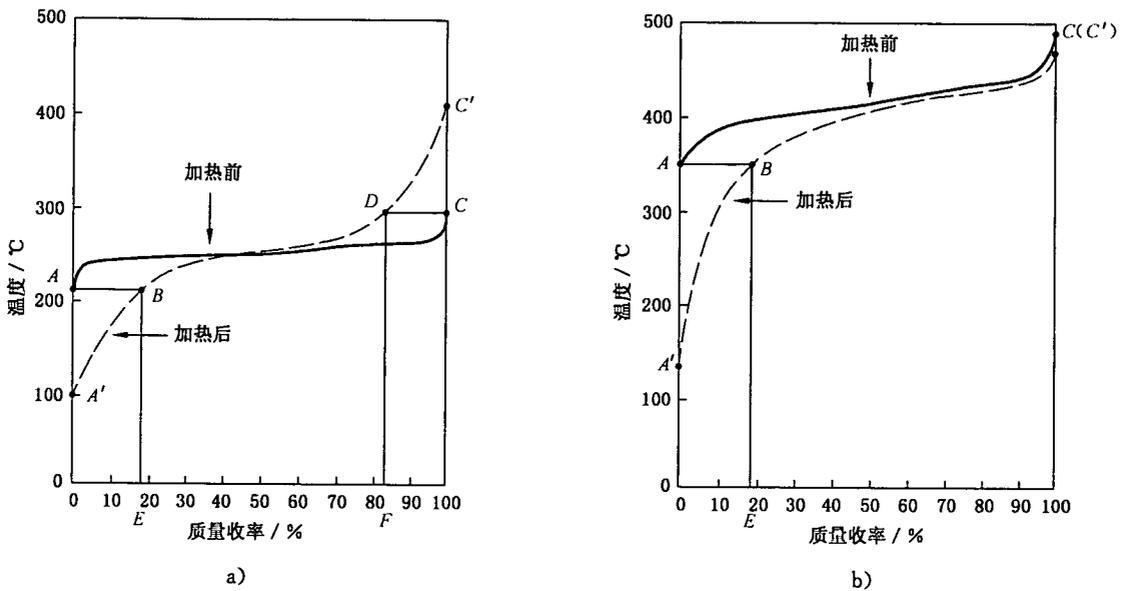
式中:

- m_5 ——空尾球质量,单位为克(g);
- m_6 ——尾球加加热后试样质量,单位为克(g);
- m_7 ——试验后尾球(含残余物)质量,单位为克(g)。

注:试样不能蒸发产物质量分数在0.5%以下可忽略不计。

7.5.3 试样低沸物含量(质量分数) $N(\%)$ 和高沸物含量(质量分数) $H(\%)$ 计算

7.5.3.1 图1给出了两种试样加热前后的模拟蒸馏曲线。其中图1a)是试样加热后产生低沸物和高沸物的模拟蒸馏曲线,图1b)是试样加热后只产生低沸物的模拟蒸馏曲线。现以图1a)为例,计算加热后试样未校正的低沸物含量(质量分数) $N'(\%)$ 和未校正的高沸物含量(质量分数) $H'(\%)$ 。



- A——加热前试样的初馏点;
- A'——加热后试样的初馏点;
- C——加热前试样的终馏点;
- C'——加热后试样的终馏点;
- AB——未校正的低沸物含量;
- CD——未校正的高沸物含量。

图1 加热前后试样的模拟蒸馏曲线

在图1a)中,A点为加热前试样的初馏点,过A点作水平线与加热后试样的模拟蒸馏曲线交于B点;过B点作垂线与收率轴交于E点,则试样未校正的低沸物含量(质量分数) $N'(\%)$ 为E点所对应的百分数。

C点为加热前试样的终馏点,过C点作水平线与加热后试样的模拟蒸馏曲线交于D点;过D点作垂线与收率轴交于F点,则试样未校正的高沸物含量(质量分数) $H'(\%)$ 为100%减去F点对应的百分数。

7.5.3.2 考虑到采用气相色谱法无法测定气相分解产物的含量和不能蒸发产物的含量,所以必须通过式(3)和式(4)对未校正的低沸物含量(质量分数) $N'(\%)$ 和高沸物含量(质量分数) $H'(\%)$ 进行校正:

$$N = N' \times (100 - G - U) / 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- N ——校正后试样的低沸物含量(质量分数),%;
- N' ——通过试样模拟蒸馏曲线确定的低沸物含量(质量分数),%;

G ——试样的气相分解产物含量(质量分数), %;

U ——试样不能蒸发产物含量(质量分数), %。

$$H = H' \times (100 - G - U) / 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

H ——校正后试样的高沸物含量(质量分数), %;

H' ——通过试样模拟蒸馏曲线确定的高沸物含量(质量分数), %;

G ——试样的气相分解产物含量(质量分数), %;

U ——试样不能蒸发产物含量(质量分数), %。

7.5.4 试样变质率计算

试样变质率(质量分数) Z (%)按式(5)计算:

$$Z = G + N + H + U \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

G ——试样的气相分解产物含量(质量分数), %;

N ——校正后试样的低沸物含量(质量分数), %;

H ——校正后试样的高沸物含量(质量分数), %;

U ——试样不能蒸发产物含量(质量分数), %。

8 报告

- 8.1 有机热载体类型;
- 8.2 试验时间, h;
- 8.3 试验温度, °C;
- 8.4 加热后试样外观;
- 8.5 气相分解产物和低沸物含量(质量分数), %, 并精确至小数点后一位;
- 8.6 高沸物和不能蒸发产物含量(质量分数), %, 并精确至小数点后一位;
- 8.7 变质率(质量分数), 取 3 个试验结果的平均值, %, 并精确至小数点后一位;
- 8.8 加热前和加热后试样的初馏点和终馏点, °C;
- 8.9 与本标准不一致的试验条件;
- 8.10 试验日期。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
有机热载体热稳定性测定法
GB/T 23800—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

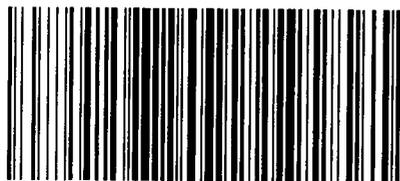
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2009年8月第一版 2009年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38265 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)68533533



GB/T 23800—2009