



中华人民共和国国家标准

GB/T 37175—2018

焦化咔唑

Coking carbazole

2018-12-28 发布

2019-07-01 实施

国家市场监督管理总局 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 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国煤化工标准化技术委员会(SAC/TC 469)归口。

本标准起草单位:上海宝钢化工有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:李倩怡、陈国敏、李家发、陈慧萍、郑景须。

焦 化 咔 唑

1 范围

本标准规定了焦化咔唑的技术要求、试验方法、检验规则、包装、运输、贮存和质量证明书、安全注意事项。

本标准适用于以煤焦油中蒽油为原料,通过溶剂分步结晶分离,经过精馏制得的咔唑。

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 2000 焦化固体类产品取样方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 技术要求

咔唑技术指标应符合表 1 的规定:

表 1 技术指标

指 标 名 称	指标	
	一等品	合格品
外观	灰白色或略带粉红色结晶	
咔唑含量(质量分数)/% 不小于	95.0	90.0

4 试验方法

4.1 外观:目测。

4.2 咔唑含量的测定按附录 A 规定进行。

5 检验规则

5.1 产品质量的检验和验收由质量监督部门进行。

5.2 以连续生产的产品,每日包装的量为一批,每批不得超过 200 t。

5.3 试样的采取和制备按 GB/T 2000 的规定进行。

5.4 产品质量指标合格判断,采用 GB/T 8170 中的“修约值比较法”。

5.5 本标准技术要求表 1 全部项目均为出厂检验项目。出厂检验项目的结果不符合本标准规定的技术要求,允许重新对这批产品采样复验。复验时,对不合格项目进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本标准技术要求,则整批产品为不合格品。复验只进行一次。

6 包装、运输、贮存和质量证明书

- 6.1 本产品用有内衬塑料薄膜的聚丙烯编织袋或复合塑料袋包装,每袋净重 $50\text{ kg}\pm 0.5\text{ kg}$ 。
- 6.2 包装上应标有易燃固体标志,还应标明:产品名称、产品标准编号、供方名称、地址和净重。
- 6.3 每批出厂产品都应附有质量证明书。证明书内容应包括:产品名称、产品标准编号、供方名称、等级、批号、净重、发货日期和本标准规定的各项检验结果。
- 6.4 本产品遇高温、火种、强氧化剂有燃烧危险,应贮存于阴凉通风仓库内。在运输过程中应防晒、防潮和防包装袋破损。
- 6.5 供方应提供本产品的危险化学品安全技术说明书(MSDS)和安全标签。

7 安全注意事项

- 7.1 呋唑可燃,应避免高温和明火。
- 7.2 工作场所应安装通风设施、配置必要的消防设施。
- 7.3 应使用个人防护用品(如防护眼镜、工作服、口罩、手套等)。
- 7.4 对着火的呋唑灭火时,可采用抗溶泡沫、干粉、二氧化碳、水喷雾等。
- 7.5 当皮肤沾染呋唑后,应脱去被污染的衣着,用肥皂水和清水冲洗被沾染处。

附 录 A

(规范性附录)

焦化呋唑 组分含量的测定 气相色谱法

A.1 原理

试样在载气的携带下进入色谱柱,由于试样中各组分在固定相和流动相之间的分配系数不同,使被测试样中各组分得到分离,并依次流出色谱柱,由氢火焰检测器(FID)检测每一组分,按带校正因子的面积归一化法进行定量,计算试样中呋唑的质量分数。

A.2 试剂和材料

A.2.1 标样:呋唑、2-甲基蒽、吡啶,纯度大于 99%。

A.2.2 *N,N*-二甲基甲酰胺:分析纯。

A.2.3 氢气:纯度不小于 99.99%。

A.2.4 氮气:纯度不小于 99.99%。

A.2.5 空气:纯度不小于 99.99%。

A.3 仪器

A.3.1 气相色谱仪:配有氢火焰检测器,检测器灵敏度 $<1\times 10^{-11}$ g/s(正十六烷)。

A.3.2 色谱工作站或数据处理器。

A.3.3 色谱柱:非极性(如 BPX-5)毛细管色谱柱, $\phi 0.25$ mm $\times$ 30 m $\times$ 0.25 μ m,或能达到分离要求的同类型色谱柱。

A.3.4 分析天平:感量 0.1 mg。

A.3.5 微量注射器:10 μ L。

A.3.6 容量瓶:25 mL。

A.3.7 移液管。

A.4 分析步骤

A.4.1 操作条件的调节

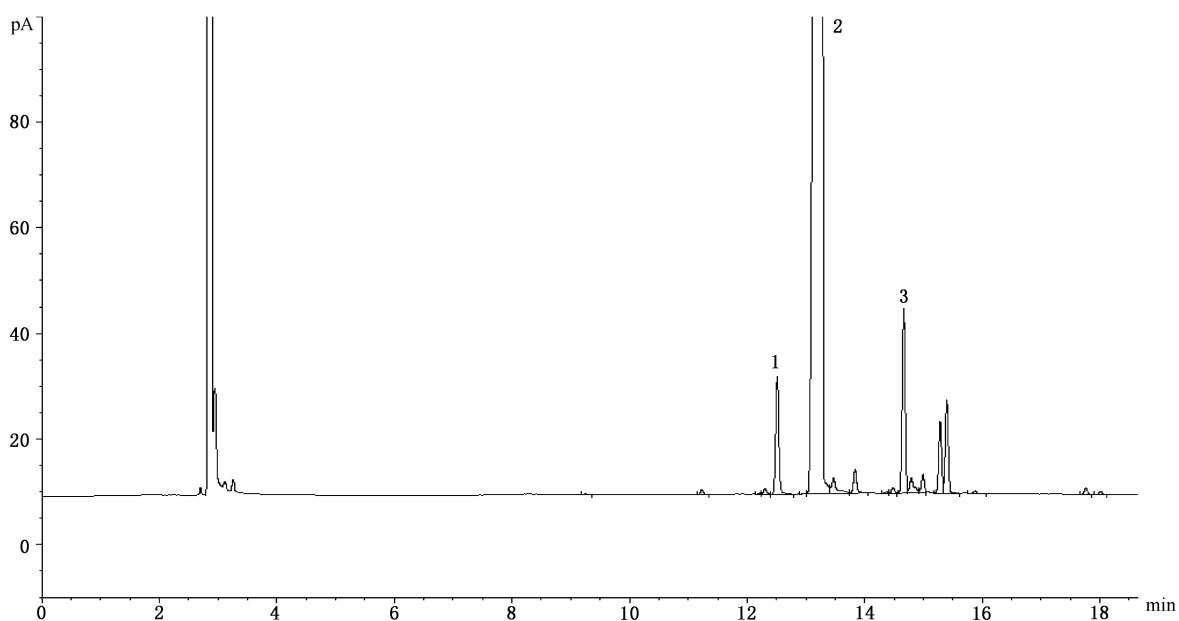
表 A.1 中所列为典型的操作条件,允许根据实际情况作适当的调节,但需符合下列要求:

- 呋唑与吡啶的相对分离度 $R\geq 1.5$;
- 进样量和仪器的灵敏度应控制在吡啶、呋唑和 2-甲基蒽的线性响应范围内。

表 A.1 典型操作条件

检测器	氢火焰检测器	检测器温度	280 ℃
柱初温	150 ℃	氢气流量	30 mL/min
柱终温	250 ℃	空气流量	400 mL/min
柱终温保持时间	15 min	柱流量	1 mL/min
升温速率	4 ℃/min	灵敏度	$<1 \times 10^{-11}$ g/s(正十六烷)
气化室温度	270 ℃	分流比	1 : 80

在上述操作条件下, 咔唑产品的典型色谱图如图 A.1 所示。



说明:

1——吡啶;

2——咔唑;

3——2-甲基萘。

图 A.1 咔唑试样色谱图实例

A.4.2 校正因子的测定

A.4.2.1 标准样品的配制

配制与被测试样各组分含量相接近的标样。分别称取吡啶、咔唑、2-甲基萘等标样共 0.4 g 左右(称准至 0.000 1 g)于 25 mL 容量瓶中。用 *N,N*-二甲基甲酰胺稀释至刻度, 混合均匀后即为测定校正因子用标样。

A.4.2.2 标样的色谱分析

按照 A.4.1 调整好色谱仪, 用微量注射器注入 1 μ L 标准样。平行测定 3 次~5 次, 通过色谱工作站(或色谱处理器)测量峰面积。

A.4.2.3 校正因子的计算

A.4.2.3.1 以咪唑为基准物,按式(A.1)计算各组分相对校正因子:

$$f_i = \frac{A_{\text{咪唑}} \times m_i}{A_i \times m_{\text{咪唑}}} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:
 f_i —— i 组分的相对校正因子;
 $A_{\text{咪唑}}$ ——咪唑的峰面积;
 m_i —— i 组分质量的数值,单位为克(g);
 A_i —— i 组分的峰面积;
 $m_{\text{咪唑}}$ ——咪唑质量的数值,单位为克(g)。

A.4.2.3.2 在正常条件下,校正因子每隔三个月验证一次,以保证定量的准确性。但如果色谱条件改变,则应重新验证校正因子。

A.4.3 试样的测定

A.4.3.1 称取研细混匀的试样 0.4 g 左右于 25 mL 容量瓶中,加入 N,N -二甲基甲酰胺稀释至刻度,可用超声波仪加快试样的溶解,待试样完全溶解后混合均匀,作为分析用试样。

A.4.3.2 待色谱仪稳定后,用微量注射器注入 1 μL 分析试样,通过色谱工作站或数据处理器测量各组分的峰面积。每个样品重复测定两次,取两次分析的平均值作为测定结果报出。

A.5 结果计算

按式(A.2)计算各组分的质量分数,计算结果表示到小数点后 2 位。

$$C_{\text{咪唑}} = \frac{A_{\text{咪唑}}}{\sum_{i=1}^n (A_i \times f_i)} \times 100 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:
 $C_{\text{咪唑}}$ ——咪唑的质量分数,%;
 $A_{\text{咪唑}}$ ——咪唑的峰面积;
 A_i —— i 组分的峰面积;
 f_i —— i 组分的相对校正因子;
 n ——试样中所检出组分总数。

除吡啶、2-甲基蒽以外不明物的校正因子以 1.00 计算。

A.6 精密度

同一实验室咪唑的两次平行试验结果重复性不大于 0.5%。