



中华人民共和国国家标准

GB/T 6699—2015
代替 GB/T 6699—1998

焦 化 萘

Coking naphthalene

2015-10-09 发布

2015-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 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。

本标准代替 GB/T 6699—1998《焦化萘》，本标准与 GB/T 6699—1998 相比，主要变化如下：

——增加了前言、规范性引用文件、安全注意事项的内容；

——修改了适用范围的内容：将“分馏高温”删除；

——修改了技术要求，增加了萘含量；

——增加了色谱分析方法。

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：施淡淡、陈国敏、陈慧萍、陈岳飞、孙伟、仇金辉、郑景须、张进莺。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6699—1986、GB/T 6699—1998；

——GB/T 6700—1986。

焦 化 萘

1 范围

本标准规定了焦化萘的技术要求、试验方法、检验规则、包装、运输、贮存、质量证明书及安全注意事项。

本标准适用于从煤焦油中所得的萘馏分，经洗涤、精馏或结晶等工序所得的焦化萘。

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 1999 焦化油类产品取样方法
- GB/T 2000 焦化固体类产品取样方法
- GB/T 2295 焦化固体类产品灰分测定方法
- GB/T 3069.2 萘结晶点的测定方法
- GB/T 6701 萘不挥发物的测定方法
- GB/T 6702 萘酸洗比色试验方法
- 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

3.1 焦化萘包括精萘和工业萘，其技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项目	指标					
	精萘			工业萘		
	优级	一级	二级	优级	一级	二级
外观	白色 粉状、片状结晶		白色略带微红或微黄 粉状、片状结晶	白色，允许带微红或微黄粉状、 片状结晶		
萘含量(质量分数)/% 不小于	99.30	98.95	98.45	96.60	96.00	95.00
结晶点/℃ 不小于	79.8	79.6	79.3	78.3	78.0	77.5
不挥发物(质量分数)/% 不大于	—	0.01	0.02	0.04	0.06	0.08
灰分(质量分数)/% 不大于	—	0.006	0.008	0.01	0.01	0.02
酸洗比色/号 按标准比色液 不深于	2	4	—	—	—	—

3.2 外观、不挥发物按生产厂出厂检验数据为准。

3.3 工业萘按液体供货时不挥发物指标由供需双方规定。

3.4 萘含量和结晶点指标任选其一,仲裁法以结晶点指标为准。

4 试验方法

4.1 外观测定:目测粉状、片状试样,记录其颜色。

4.2 萘含量的测定按附录 A 规定进行。

4.3 结晶点的测定按 GB/T 3069.2 规定进行。

4.4 不挥发物的测定按 GB/T 6701 规定进行。

4.5 灰分的测定按 GB/T 2295 规定进行。

4.6 酸洗比色的测定按 GB/T 6702 规定进行。

5 检验规则

5.1 焦化萘的质量检验和验收由供方质量监督检验部门进行。

5.2 试样的采取和制备:固体萘按照 GB/T 2000 规定进行,液体萘按照 GB/T 1999 规定进行。

5.3 数值修约按 GB/T 8170 规定进行。

5.4 检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。当产品出现不合格项时,应重新取双倍样对不合格项进行检验,检验合格,本批产品判为合格,如仍不合格,则该批产品为不合格品。

5.5 液体萘以每生产槽为一批,每批不超过 1 000 t;固体萘以 300 t 为一检验批,不足 300 t 为一检验批。

6 包装、运输、贮存和质量证明书

6.1 液体萘应该装入洁净、干燥的槽车发给需方。

6.2 固体萘要用有内衬塑料薄膜的聚丙烯编织袋或复合塑料袋包装。固体萘每袋净重 $25\text{ kg}\pm 0.5\text{ kg}$ 或 $50\text{ kg}\pm 0.5\text{ kg}$,每批产品平均每袋净重不得低于 25 kg 或 50 kg 。包装袋上应标明:产品名称、产品标准编号、商标、供方名称、地址和净重。

6.3 每批产品交货时都应附有质量证明书,证明书内容包括:产品名称、产品标准编号、供方名称、地址、批号、净重和本标准规定的各项检验结果等。

6.4 萘在贮存和运输中要求隔绝火种,远离热源,应贮存于阴凉、通风、干燥的库房内,不得与食品原料、氧化剂、硝酸等同库存放。

7 安全注意事项

7.1 萘易燃、有毒。在空气中最高允许浓度为 50 mg/m^3 ,人吸入超浓度萘蒸气或皮肤经常接触萘能引起中毒。

7.2 工作场所应当安装排风设备、必要的消防设施、急救药箱。

7.3 应使用个人防护用品(如防护眼镜、防化手套、防尘口罩、工作服等)。

7.4 对着火的萘灭火时,可用二氧化碳、雾状水、沙土。

7.5 当沾染上萘后,应脱去被污染的衣着,用肥皂水和清水彻底冲洗。

附录 A

(规范性附录)

焦化萘 萘含量的测定 气相色谱法

A.1 原理

用弹性毛细管色谱柱将焦化萘中的萘和其他杂质组分分离,按带校正因子的面积归一化法进行定量,计算焦化萘中萘的质量分数。

A.2 试剂和材料

A.2.1 萘、硫茛、 β -甲基萘、喹啉、3,5-二甲酚:色谱纯。

A.2.2 丙酮:分析纯。

A.2.3 氢气:纯度大于 99.9%。

A.2.4 氮气:纯度大于 99.9%。

A.2.5 净化空气。

A.3 仪器

A.3.1 气相色谱仪:配有氢火焰检测器,FID 检测限 $<5 \times 10^{-10}$ g/s(苯或正十六烷)。

A.3.2 色谱工作站或数据处理器。

A.3.3 色谱柱:聚乙二醇石英毛细管色谱柱, $\phi 0.25$ mm \times 30 m \times 0.25 μ m,或能达到分离要求的同类型的毛细管色谱柱。

A.3.4 分析天平:感量 0.000 1 g。

A.3.5 微量注射器:10 μ L。

A.3.6 容量瓶。

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,但应符合下列要求:

- 萘、硫茛、 β -甲基萘、喹啉、3,5-二甲酚相对分离度 $R \geq 1.5$;
- 进样量和仪器的灵敏度应控制在萘组分的线性响应范围内。

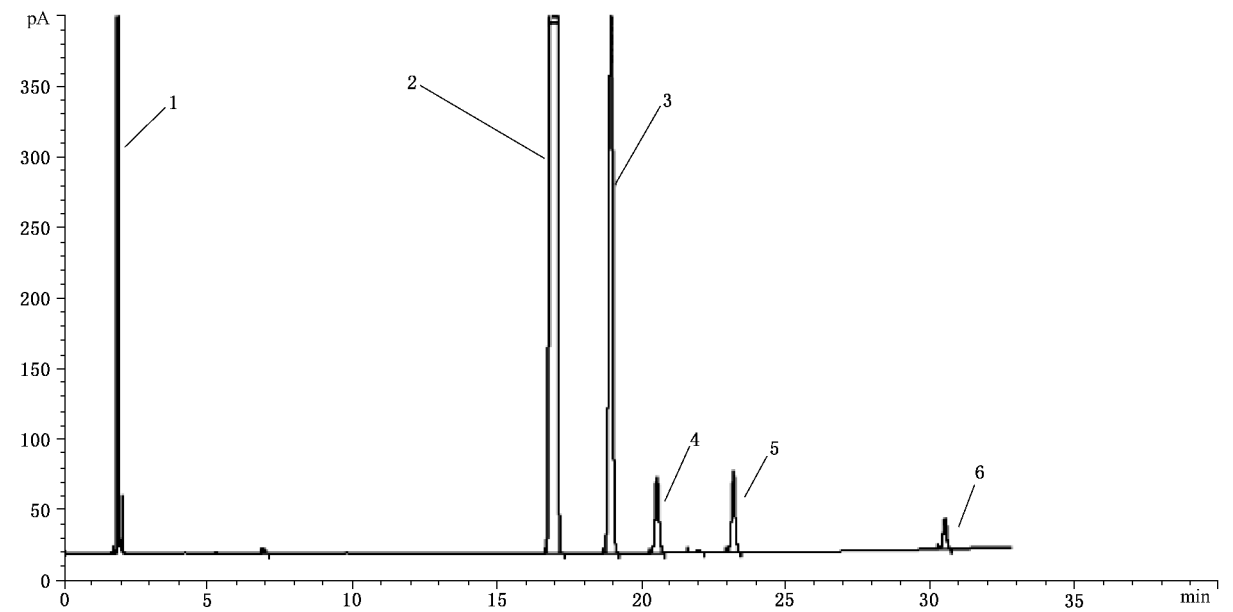
表 A.1 典型操作条件

色谱柱	$\phi 0.25$ mm \times 30 m \times 0.25 μ m	氢气流量	40 mL/min
检测器	氢火焰检测器	空气流量	400 mL/min
柱初温	90 $^{\circ}$ C	尾吹流量	20 mL/min
第一段升温速率	5 $^{\circ}$ C/min	FID 检测限	$<5 \times 10^{-10}$ g/s(苯或正十六烷)
柱中温	140 $^{\circ}$ C	最小峰面积	5 pA \cdot s 或 μ V \cdot s

表 A.1 (续)

第二段升温速率	3 ℃/min	斜率	5
柱终温	220 ℃	峰宽	0.1 min
气化室温度	250 ℃	进样量	1.0 μL
检测器温度	270 ℃	溶剂切割时间	3.5 min
载气	N ₂	分流比	100 : 1
载气线速度	25 cm/s	—	—

在上述操作条件下,焦化萘产品的典型色谱图如图 A.1 所示,各组分的相对保留值见表 A.2。



说明:
1——溶剂峰(丙酮);
2——萘;
3——硫茚;
4——β-甲基萘;
5——喹啉;
6——3,5-二甲酚。

图 A.1 焦化萘产品的典型色谱图

表 A.2 各组分的相对保留值

序号	组分名称	相对保留值
1	溶剂峰(丙酮)	0.11
2	萘	1.00
3	硫茚	1.11
4	β-甲基萘	1.21
5	喹啉	1.36
6	3,5-二甲酚	1.80

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准样品。准确称量萘、硫茛、 β -甲基萘、喹啉、3,5-二甲酚等标样共 5 g 左右(称准至 0.000 1 g)于容量瓶中,加入丙酮进行稀释,混合均匀后备用(标准样品中各组分的含量按各标样的实际组成含量进行换算)。

A.4.2.2 标样的色谱分析

按 A.4.1 调整好色谱仪,用微量注射器注入 1.0 μL 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,并确保每次对萘和硫茛等组分的切割方式一致(当峰型拖尾时,推荐采用斜切方式)。

A.4.2.3 校正因子的计算

A.4.2.3.1 以萘为基准物,按式(A.1)计算各组分相对校正因子:

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

式中:

f_i —— i 组分的相对校正因子;

A_i —— i 组分的峰面积,单位为皮安秒或微伏秒($\text{pA} \cdot \text{s}$ 或 $\mu\text{V} \cdot \text{s}$);

$A_{\text{萘}}$ ——萘的峰面积,单位为皮安秒或微伏秒($\text{pA} \cdot \text{s}$ 或 $\mu\text{V} \cdot \text{s}$);

m_i —— i 组分的质量的数值,单位为克(g);

$m_{\text{萘}}$ ——萘的质量的数值,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 称取试样约 1 g 于 10 mL 容量瓶中,以丙酮为溶剂,对试样进行稀释,作为分析试样。

A.4.3.2 按 A.4.1 调整好色谱仪,用微量注射器注入 1.0 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,并确保对萘和硫茛等组分的切割方式与测定校正因子时的方式相一致。每个样品重复测定两次,取两次分析的算术平均值作为测定结果报出。

A.5 结果

按式(A.2)计算各组分的质量分数:

$$X_i = \frac{A_i \times f_i}{\sum_{i=1}^n (A_i \times f_i)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

X_i —— i 组分的质量分数;

n ——试样中所检出组分总数。

其他不明物的校正因子以 1.000 计算。

A.6 精密度

重复性:精萘 $\leq 0.3\%$;工业萘 $\leq 0.5\%$ 。
