

# 《煤气化灰水阻垢分散剂阻垢性能测定方法》行业标准编制说明

## （征求意见稿）

### 一、工作简况

#### （一）任务来源

##### 1 基本信息

根据工信厅科函〔2021〕25号《工业和信息化部办公厅关于印发2021年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》的要求，制定《煤气化灰水阻垢分散剂阻垢性能测定方法》行业标准，计划号为2021-0325T-HG。按照制修订计划，本标准应于2023年2月完成报批。

本标准由天津正达科技有限责任公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、等单位共同起草。本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会（SAC/TC 63/SC 5）归口。

##### 2 简要情况

###### 2.1 目的、意义

我国是相对多煤少油的国家，煤炭在我国能源生产结构中占据相当重要的地位。煤气化技术是煤基化学品、煤基液体燃料、煤气化联合循环发电、多联产等过程工业的基础，也是洁净煤技术领域的关键性共性技术。它具有高效、超洁净特点，是当今世界煤技术的主流。

目前适用于大规模工业生产的现代煤气化技术是气流床气化，包括多种水煤浆气化和粉煤气化。其中无论哪种煤气化技术，其煤气化系统灰水一般都具有高温（80℃-250℃）、高压（4.0MPa-8.7MPa）、高硬度、高碱度、高悬浮物的特点。上述特点使得煤气化系统水存在严重的结垢和沉积倾向，容易发生垢离子结垢及细灰沉积，是造成煤气化系统设备能耗增加和寿命减少，甚至引发系统非计划停车，困扰煤气化系统长期连续稳定运行的关键重要因素。为延缓抑制煤气化系统的结垢沉积，向煤气化系统灰水中投加阻垢分散剂是目前普遍采取的重要措施之一。

据相关资料统计，2017年我国煤化工行业工业总产值已达到27095亿元。截至2014年，我国大中型煤化工园区近110家，现代煤化工已经投运的各种气化炉已达近180台。2020年，我国现代煤化工所运行煤气化炉已超过200台套，所涉及的煤气化黑灰水循环量超过6亿m<sup>3</sup>，煤气化灰水阻垢分散剂的使用量超过30000吨。目前，在煤气化方面，对灰水阻垢分散剂的阻垢性能评价没有统一的行业标准。煤气化灰水阻垢分散剂提供商一般常采用常温常压条件下的静态法、鼓泡法及动态阻垢测试等方法对阻垢分散剂阻垢性能进行评价，无法针对煤气化系统灰水的特点得到更具有参考价值的评价数据，从而导致市场上相关产品的质量、性能参差不齐，使煤化工领域厂家在选择应用煤气化灰水阻垢剂时无章可循，降低了产业效能，同时不利于煤化工领域水处理技术的提升进步。因此，急需制定本标准，以促进灰水阻垢分散剂的质量提升。

本标准的评价对象——煤气化灰水阻垢分散剂属于石化化工行业水处理领域专用化学品，本标准的制定能够解决该类水处理剂的性能评价无标可依的问题，从而应用于灰水阻垢分散剂的质量控制，提升产品质量水平。本标准符合《原材料工业质量提升三年行动方案（2018-2020年）》中实现“大宗基础有机化工原料、重点合成材料、专用化学品的质量水平显著提升”的行动目标要求，满足水处理剂产品绿色、节能、节水、安全、环保发展需要。

###### 2.2 国内外情况说明

目前煤气化技术在国内外的发展迅猛、工艺也相当成熟，因此本标准的制定将会很好的适应煤气化技术未来的发展，能够成为未来煤气化系统水处理技术发展的关键基础，为该领域水处理剂的质量提升乃至煤气化技术的发展提供技术支撑。

本标准项目无对应的国际标准或国外先进标准。

目前国内外还没有专门针对煤气化阻垢分散剂的性能评价标准。国内相关标准有GB/T 16632-2008《水处理剂阻垢性能的测定 碳酸钙沉积法》，但该方法不适用于煤气化用水处理剂的性能评价。该标准项目将填补我国煤化工领域煤气化系统水处理剂产品性能评价的标准空白，会极好地促进煤化工产业的持质量提升。

本标准不涉及知识产权问题。

## （二）主要工作过程

### 1 起草阶段（2021 年 8 月-2022 年 9 月）

#### 1.1 起草工作组

由天津正达科技有限责任公司（简称“天津正达”）、兖矿水煤浆气化及煤化工国家工程研究中心有限公司（简称“水煤浆中心”）、中海油天津化工研究设计院有限公司（简称“天津院”）、等单位组成。

#### 1.2 分工情况

天津正达、水煤浆中心、天津院主要负责标准制定工作总体协调及资料收集、组织召开标准工作会议、提出试验方案、征集试验样品、试验数据统计与比对、编写标准各阶段草案、编制说明及相关附件等工作。

其他单位主要负责参与试验方案的讨论、开展试验方法验证和数据统计、参加工作会议讨论、对标准过程稿件提出修改意见等。

#### 1.3 调查研究过程

归口单位接到上级部门下达的制定推荐性行业标准《煤气化灰水阻垢分散剂阻垢性能测定方法》的计划后，将计划通知发给牵头起草单位天津正达，成立标准研制小组，同时归口单位查阅了国内外标准及有关技术资料，并向相关单位发函，进行调查并广泛征求对标准制定工作的意见。

2021 年 8 月~2021 年 10 月，调研和收集国内外相关标准和技术资料，了解煤气化灰水阻垢分散剂行业现状，并进行相应的试验，在此基础上制定标准草稿和编制说明。

2021 年 10 月 29 日~11 月 1 日，全国化学标准化技术委员会水处理剂分会在浙江省杭州市召开 2021 年年会暨 2022 年标准制定启动会，出席会议的有分会秘书处、分会委员、标准起草单位、科研院所、大专院校、标准出版社及生产厂家等共计 80 家单位的 110 位代表。会上，由起草单位详细讨论了标准草案具体内容，讨论了标准制定需做试验的具体内容、目标要求、试验方法等。

#### 1.4 验证过程（试验过程）

2022 年 3 月至 2022 年 8 月，由天津正达、常州中南、南京佳和、星光宝亿等单位提供样品，由水煤浆中心对以下试验内容进行了验证试验：

- 1) 测试条件的选择；
- 2) 药剂前处理方法；
- 3) 性能测试。

验证试验的结果详见“三、主要试验（或验证）的分析”。

#### 1.5 工作组讨论稿（征求意见稿）的形成

2022年9月2日，起草工作组针对前期工作情况再一次召开了工作方案会，并对前期工作试验作了总结，对后期各项工作任务及工作进度做了详细的安排。根据前期讨论及试验验证等起草阶段工作情况，起草工作组于2022年9月提出标准征求意见稿。

## 2 标准征求意见阶段（2022 年 9 月-2022 年 10 月）

### 2.1 广泛征求意见

在起草阶段工作基础上，起草小组提出标准草案征求意见稿及编制说明，经归口单位修改后，于2022年9月向水处理剂分技术委员会的委员、生产、使用及检验机构等单位发送了电子文件征求意见稿及编制说明，并在网上（[www.trici.com.cn](http://www.trici.com.cn)）公开征求意见。

### 2.2 意见的反馈与处理

发送征求意见稿的单位数 一个，收到征求意见稿后回函单位数 一个，收到征求意见稿后回函并有建议或意见的单位数 一个，没有回函的单位数 一个。对收到的意见全部进行处理，处理意见详见意见汇总处理表。

## 3 标准审查阶段（2022 年 11 月）

## 4 报批阶段（2023 年 1 月）

## 二、标准编制原则、标准体系和确定标准主要内容

### （一）标准编制原则

本标准在制定过程中，起草单位遵循规范性、科学性、适用性原则，旨在能提供更为科学准确的试验方法，以达到能完善现有标准的目的。

1、规范性原则：根据 GB/T 1.1-2020、GB/T 20000、GB/T 20001 等相关规定进行编写。

2、科学性原则：任务下达后，归口单位联合起草单位查阅了相关的国内外资料。由此确定了科学准确的测定方法，并进行了相关验证试验，确保标准试验方法的可行性和可靠性，保障了标准的科学性要求。

3、适用性原则：本标准制定过程中，归口单位、起草单位以及相关检测单位多次相互交换意见及建议，探讨标准内容的可行性，确保标准要求可以有效适用于方法检测的需要。

### （二）标准体系

本标准在水处理剂标准体系中的位置：

体系类目名称：水处理剂-方法-水处理剂测定方法-性能评价方法

体系类目编号：01-063-05-03-01-02

### （三）确定标准制定主要内容的论据

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，模拟污垢形成过程。在这整个过程中，管道压力的变化是非常敏感的，一旦有成垢物质形成就会造成管道压力的变化。

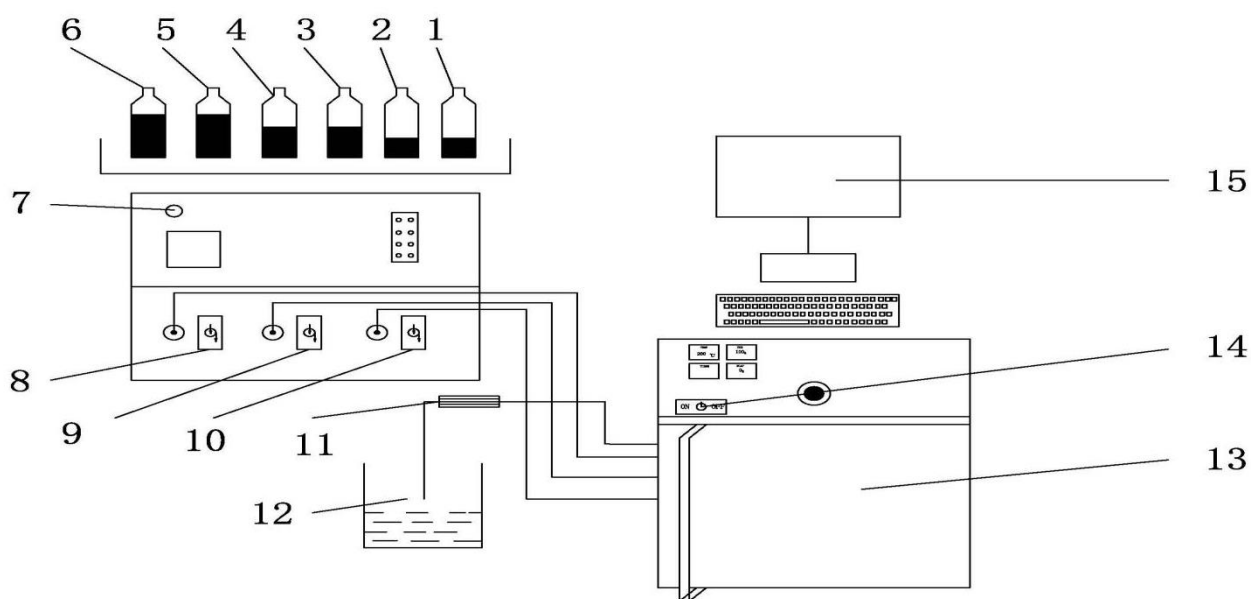
在一定温度压力下，随着时间的推移，成垢物质的不断增加，毛细管管道压差逐渐上升，当压差达到设定值时，试验停止。通过系统运行时间的长短，判定煤气化灰水阻垢分散剂的阻垢性能优劣。相同水质条件和相同加药浓度下，运行时间越长，表明该药剂阻垢性能越好。

### 三、主要试验（或验证）的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益

#### 1 对重要步骤过程的分析

##### 1.1 仪器设备的确定

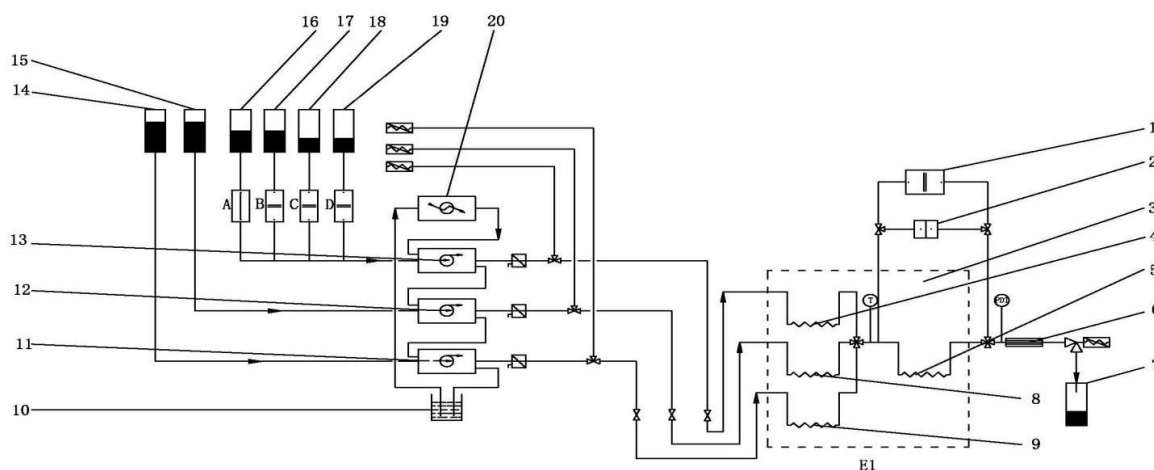
用于评定煤气化灰水阻垢分散剂阻垢性能优劣的毛细管动态阻垢压差测试仪是由进样系统、电热烘箱、测量系统及废液回收装置组成。图1为一种典型的毛细管动态阻垢压差测试仪示意图，其压差测量范围0-69KPa，工作压力0-34.5MPa，最高工作温度300℃。



说明：

- 1——碱洗水罐      2——冲洗水罐      3——酸洗水罐      4——阴离子溶液罐  
5——冲洗水罐      6——阳离子溶液罐      7——仪器开关      8, 9, 10——计量泵  
11——废液冷却器      12——废液回收槽      13——烘箱      14——烘箱开关      15 ——计算机

图1 毛细管动态压差测试仪



说明:

- |            |          |               |           |
|------------|----------|---------------|-----------|
| 1——压力变送器   | 2——平衡阀   | 3——烘箱         | 4——阴离子进样管 |
| 5——毛细管     | 6——冷却器   | 7——废液收集罐      | 8——清洗液管   |
| 9——阳离子进样管  | 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2 毛细管动态压差测试工艺流程图

### 1.1.1 进样系统

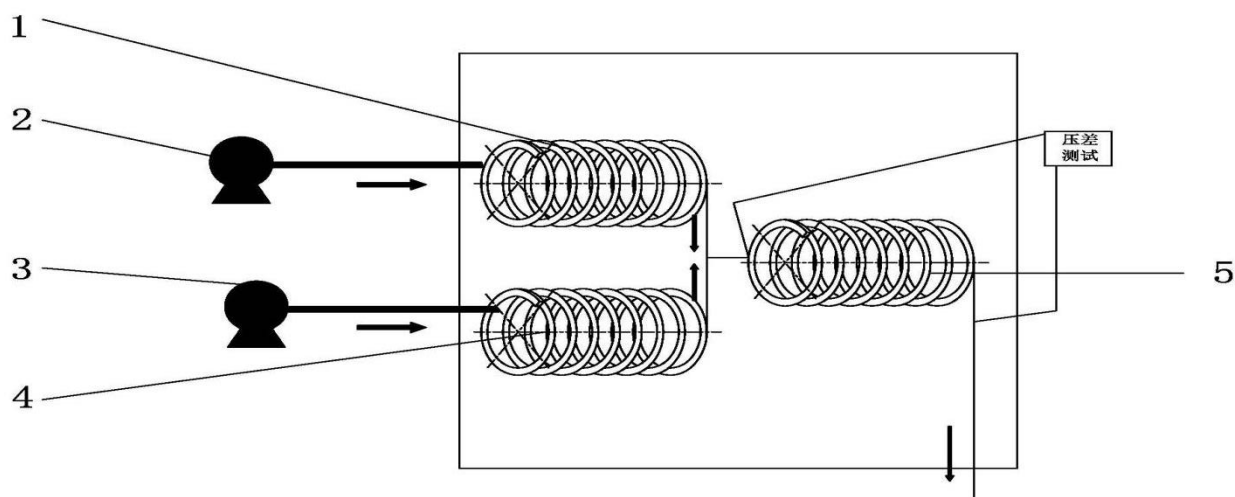
由阳离子溶液罐、阴离子溶液罐和计量泵组成。计量泵：设定流量可调，0~10mL/min。

### 1.1.2 电热烘箱

温度在室温~300℃连续可调，控温精度±3℃。

### 1.1.3 测试系统

主要包括阴阳离子预热线圈、毛细管和压差变送器。如图3所示：



说明:

- |              |             |             |
|--------------|-------------|-------------|
| 1——阳离子溶液加热线圈 | 2——阳离子溶液计量泵 | 3——阴离子溶液计量泵 |
| 4——阴离子溶液加热线圈 | 5——毛细管      |             |

图3 测试系统示意图

### 1.1.4 废液回收

废液回收由废液冷却器和废液回收桶组成。

## 1.2 试验步骤

### 1.2.1 试验准备

阳离子与药剂混合溶液配制：在 500mL 容量瓶中加入约 400mL 水，用滴定管加入一定体积的氯化钙

标准溶液，使钙离子 ( $\text{Ca}^{2+}$ ) 的量为 400mg，按评价剂量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，直至溶液 pH 值为 8。用水稀释至刻度并摇匀。

阳离子与药剂混合溶液前处理：在室温下，将混合液装入耐高温高压的钢制密封罐中放入烘箱，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。

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 ( $\text{HCO}_3^-$ ) 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。

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。设定阳离子溶液罐和阴离子溶液罐中的溶液进系统流量均均为 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。

### 1.2.2 测定

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

### 1.2.3 清洗

测试停止后，仪器自动进入清洗程序。

### 1.2.4 空白试验

除不加灰水阻垢分散剂溶液，按上述步骤操作。

### 1.2.5 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。

### 1.2.6 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（如图 1）并记录相关试验数据。

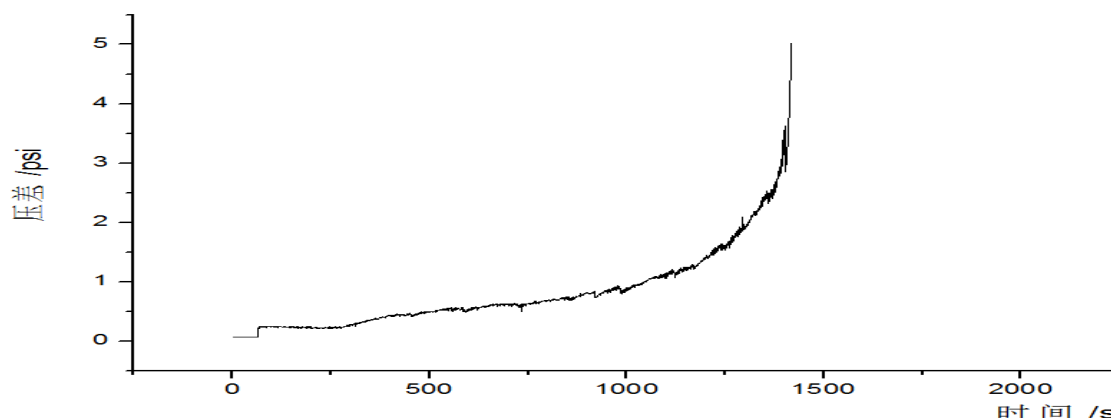


图 1

## 1.3 验证试验一（未进行药剂前处理）

### 试验条件：

钙离子浓度	400 mg/L
碱度	20 mmol/L

试验温度 220 ℃  
系统压力 320psi  
阻垢压差 5psi  
试验设定时间 60 分钟

试验结果及曲线：见表 1、图 2。

表 1

序号	药剂名称	药剂固含量 (%)	药剂干基用量 (ppm)	药剂用量 (ppm)	运行时间/s
1	空白	0	0	0	316
2	星光宝亿 1#	25%	18	72	991
3	星光宝亿 2#	30%	18	60	418
4	南京佳和 001	25%	18	72	349
5	南京佳和 002	30%	18	60	650
6	南京佳和 003	25%	18	72	403
7	中南化工 1#	26.9%	18	67	413
8	中南化工 2#	27%	18	67	700
9	天津正达 1	47.5%	18	38	347
10	天津正达 2	37.5%	18	48	376
11	天津正达 3	35.8%	18	50	349

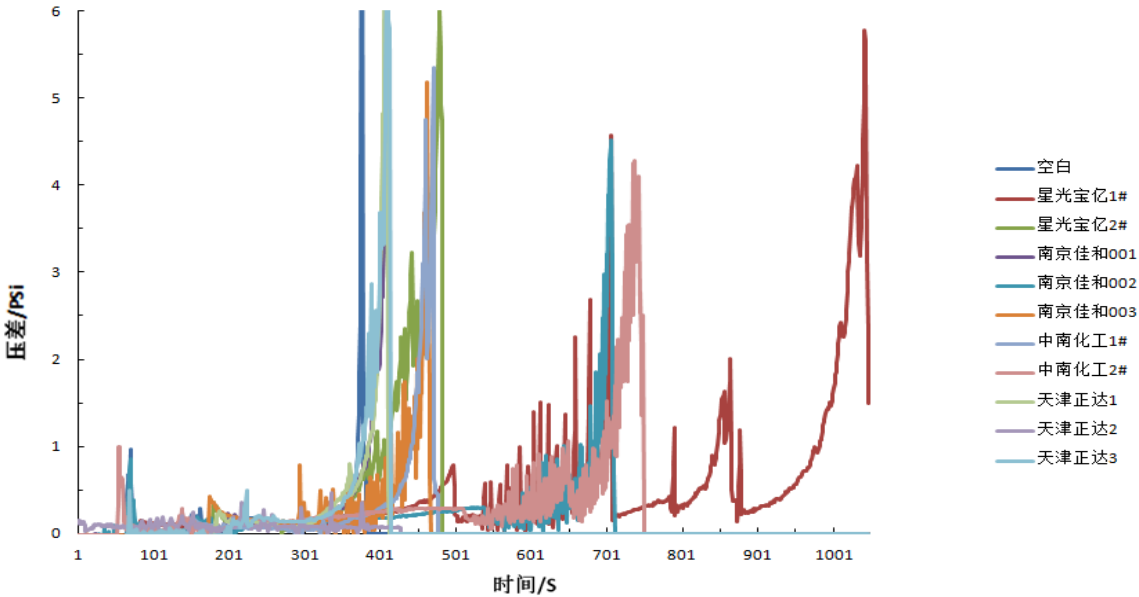


图 2

试验结果表明，在上述试验条件下，由不同供应商提供的 10 个阻垢分散剂中，只有 3 个运行时长超过 10 分钟，其它 7 个运行时长都在 5-7 分钟之间，与未加阻垢分散剂的空白试验运行时长（5-6 分钟）相当。上述试验过程和条件未能有效区分评判阻垢分散剂性能，因此，后续将对试验条件的选择进行研究试验。

1.4 试验条件的选择

为确定本方法适宜的试验条件，考虑试验温度、流量以及水质条件三个因素对试验结果的影响，设计了以下3因素3水平的正交试验并用相同种类、相同加药量的阻垢分散剂进行了试验研究，结果见表2。

表2

序号	温度 (1)	流量 (2)	水质 (3)	试验结果	结果 (平均)
	℃	mL/min	Ca <sup>2+</sup> mg/L/碱度 mmol/L	s	s
试验 1	140	4	240/12	401/549	475s
试验 2	140	6	300/15	394/489	442s
试验 3	140	8	360/18	410/426	418s
试验 4	180	4	300/15	319/413	366s
试验 5	180	6	360/18	293/283	288s
试验 6	180	8	240/12	369/313	341s
试验 7	220	4	360/18	341/413/277	344s
试验 8	220	6	240/12	226/328	277s
试验 9	220	8	300/15	188/234	211s
均值 1	445.000	395.000	364.333		
均值 2	331.667	335.667	339.667		
均值 3	277.333	323.333	350.000		
极差	167.667	71.667	24.666		

由表2研究结果可以看出，上述3个因素对试验结果的影响差别较大，影响程度排序为温度>流量>水质。考虑有利于试验结果的可靠性以及对不同药剂种类性能更好的区分度，应该选用有利于试验运行时长较长的试验条件，但同时考虑阻垢分散剂应用现场的实际条件，最终拟选用试验条件为：温度140℃、流量4mL/min、水质Ca<sup>2+</sup>400mg/L碱度20mmol/L。

## 1.5 药剂的前处理

由于煤气化系统阻垢分散剂的实际应用环境温度基本都在 80℃以上，尤其在气化炉激冷室水温更高达 250℃，其流程持续时间可达 10~15min。上述初始试验及条件筛选试验都因试验设备高温高压安全性问题以及试验运行时间太短而无法验证阻垢分散剂的耐高温稳定性，而阻垢分散剂的耐高温稳定性又直接影响其在煤气化系统的阻垢分散效果。因此，本方法中考虑药剂的耐高温稳定性对阻垢分散性能的影响，从而对阻垢分散剂进行前处理。具体操作为：在室温下，将混合液装入耐高温高压的钢制密封罐中再放入烘箱，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。相关试验结果见表 3。

表 3

因素	温度	流量	水质	药剂处理前试验结果	药剂处理前试验结果
	℃	mL/min	Ca <sup>2+</sup> mg/L/碱度 mmol/L	s	s
试验 1	140	4	240/12	1072	694

从表3可以看出，药剂经过高温前处理后，药剂受到高温热解的影响，阻垢分散效果降低。增加药剂前处理，使得整个试验过程更贴近气化黑灰水现场工况，试验结果对工业运行更有指导意义。

## 2、预期达到的经济效果

四、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本标准无相关国际标准和国外先进标准。



#### 五、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准遵循相关的法律、法规和强制性国家标准的要求，与我国现行相关法律、法规、规章及相关标准无冲突。

#### 六、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在制定过程中无重大分歧意见。

#### 七、标准性质的建议说明

建议将本标准作为推荐性标准使用。

#### 八、贯彻标准的要求和措施建议

建议尽快发布本标准并自发布之日起6个月实施。建议标准实施后组织标准宣贯，使标准应用单位了解标准内容，促进标准实施应用。

#### 九、废止现行有关标准的建议

无。

#### 十、其他应予说明的事项

无。