

**GRLM
CBWQA**

**国家太阳能光热产业技术创新战略联盟标准
中国锅炉水处理协会标准**

T/GRLM 11-2017
T/CBWQA 0004-2017

**太阳能热发电有机热载体
联苯-联苯醚混合物**

Organic Heat transfer fluids for solar thermal plant

(Biphenyl, mixed with biphenyl oxide)

2017-04-25 发布

2017-09-25 实施

**国家太阳能光热产业技术创新战略联盟
中国锅炉水处理协会**

联合发布

目次

目次.....	I
前言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 技术要求和试验方法.....	2
5 取样.....	3
6 检验规则.....	3
7 标志、标签和随行文件.....	4
8 包装、运输、贮存.....	4
9 安全.....	4
10 物性参数.....	4
附录 A（规范性附录）太阳能热发电有机热载体组分含量的测定 气相色谱法.....	5
附录 B（资料性附录）标准的起草单位和主要起草人.....	9

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009，GB/T20001.10-2014，GB/T 20001.4-2015给出的规则起草。

本标准的附录A为规范性附录，附录B为资料性附录。

本标准由国家太阳能光热产业技术创新战略联盟与中国锅炉水处理协会联合提出并归口。

本标准为首次发布。

太阳能热发电有机热载体

联苯-联苯醚混合物

1 范围

本标准规定了太阳能热发电有机热载体的技术要求、取样、试验方法、检验规则、标志、标签、随行文件、包装、运输、贮存、安全和物性参数。

本标准适用于以联苯和联苯醚制备的用于太阳能热发电有机热载体产品。本产品适用于闭式传热系统。

本标准不适用于回收处理油生产的联苯-联苯醚混合物有机热载体。不适用于开式传热系统。

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 190 危险货物包装标志
- GB/T 261 闪点的测定 宾斯基-马丁闭口杯法 (GB/T 261-2008, SO 2719:2002, MOD)
- GB/T 265 石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法
- GB/T 268 石油产品残炭测定法(康氏法) (GB/T 268-1987, neq ISO 6615:1983)
- GB/T 686 化学试剂 丙酮 (GB/T 686, ISO 6353—2:1983, NEQ)
- GB/T 1884 原油和石油产品密度实验室测定法(密度计法)(GB/T 1884—2000, ISO 3675:1998,EQV)
- GB/T 3634.2 氢气 第2部分:纯氢、高纯氢和超纯氢
- GB/T 3864 工业氮
- GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998, ISO 3170:1988, EQV)
- GB/T 4945 石油产品和润滑剂酸值和碱值测定法(颜色指示剂法)
- GB/T 6324.4 有机化工产品试验方法 第4部分:有机液体化工产品微量硫的测定 微库仑法
- GB/T 7304 石油产品和润滑剂酸值测定法(电位滴定法)
- GB/T 7533 有机化工产品结晶点的试验方法
- GB/T 11133-2015 (第10章 实验步骤A) 石油产品、润滑油和添加剂中水含量的测定卡尔·费休库仑滴定法
- GB/T 11140 石油产品硫含量的测定 波长色散X射线荧光光谱法
- GB 15258 化学品安全标签编写规定
- GB 16483 化学品安全技术说明书 内容和项目顺序
- GB/T 17144 石油产品残炭测定法(微量法)(GB/T 17144—1997, ISO 10370: 1993, EQV)
- GB/T 23800 有机热载体热稳定性测定方法
- GB 23971-2009 有机热载体 附录 B (原油中总氯含量的测定 电量法)
- SH/T 0170 石油产品残炭测定法(电炉法)
- SH/T 0604 原油和石油产品密度测定法(U型振动管法)(SH/T 0604-2000, eqv ISO 12185:1996)
- SH/T 0642 液体石油和石油化工产品自燃点测定法
- SH/T 0689 轻质烃及发动机燃料和其他油品的总硫含量测定法(紫外荧光法)

3 术语和定义

GB 23971界定的以及下列术语和定义适用于本标准。为了便于使用，以下重复列出了GB 23971中的某些术语和定义。

3.1

有机热载体 organic 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。

[GB 23971-2009, 定义3.1]

3.2

热稳定性 thermal stability

有机热载体在高温条件下其化学组分抵抗高温作用的能力。

[GB 23971-2009, 定义3.7]

3.3

最高允许使用温度 maximum permitted bulk temperature

通过GB/T 23800 试验测定，被测有机热载体的变质率不超过10%（质量分数）条件下的最高试验温度。

[GB 23971-2009, 定义3.8]

3.4

联苯-联苯醚混合物 biphenyl, mixed with biphenyl oxide

以联苯和联苯醚混合配制的低共熔混合物。

4 技术要求和试验方法

太阳能热发电有机热载体的技术要求和试验方法见表1。

表1 太阳能热发电有机热载体的技术要求和试验方法

编号	特性	特性值	试验方法
1	外观	清澈透明、无悬浮物	目测
2	纯度（质量分数）/% 组分含量（质量分数）/% 联苯含量 联苯醚含量	不低于 99.9 26.5± 0.8 73.5± 0.8	附录A（色谱法）
3	最高允许使用温度/℃	400	GB/T 23800
4	自燃点/℃ 不低于	600	SH/T 0642
5	闪点（闭口）/℃ 不低于	110	GB/T 261
6	硫含量/（mg/kg）不大于	10	SH/T 0689 ^a 、GB/T 11140、GB/T 6324.4
7	氯含量/（mg/kg） 不大于	10	GB/T 23971-2009附录 B
8	水分/（mg/kg） 不大于	300	GB/T 11133-2015 实验步骤 A
9	密度（20℃）/（kg/m ³ ）	1060-1064	GB/T 1884、SH/T 0604 ^b

表 2 (续)

编号	特性	特性值	试验方法
10	结晶点/℃	12.1- 12.3	GB/T 7533
11	残炭（质量分数）/% 不大于	0.03	GB/T 268°、GB/T 17144、SH/T 0170
12	酸值（以KOH计）/（mg/g）不大于	0.02	GB/T 4945°、GB/T 7304
13	运动粘度（40℃）/（mm ² /s）	2.2-2.8	GB/T 265
14	热稳定性（400℃，1000h） 外观 变质率/% 不大于	透明、无悬浮物和沉淀 10	GB/T 23800
15	a 硫含量测定以SH/T 0689为仲裁方法。 b 密度的测定以SH/T 0604为仲裁方法。 c 残炭的测定以GB/T 268 为仲裁方法。 e 酸值的测定以GB/T 4945为仲裁方法。		

5 取样

样品的采取按 GB/T 4756 规定进行，每次取 2L 样品作为检验和留样用。

6 检验规则

6.1 检验分类

产品的检验分为出厂检验和型式检验。出厂检验分为批次检验和周期检验。

6.2 检验项目

6.2.1 出厂检验

每批产品应经生产单位的检验部门进行出厂检验并出具检验报告，其检验项目和检验频次见表 2。出厂检验报告包括该批次产品的出厂检验项目的实测结果和周期检验项目在本周期内的测定结果。

表2 出厂检验项目和检验频次

序号	检验类型	检验项目	检验频次
1	批次检验	外观、纯度、组分含量、闪点、硫含量、氯含量、水分、密度、酸值、残炭、运动粘度	每批次检验
2	周期检验	自燃点、结晶点	每半年检测一次
		热稳定性	每4年检测一次

6.2.2 型式检验

以下情况之一需进行型式检验，型式检验项目包括表 1 中的所有项目。

- 新生产的产品投入市场之前；
- 原材料和生产工艺发生变化时；
- 出厂批次检验或周期检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- 正常生产时间达4年时；
- 停产一年以上，恢复生产时；

f) 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

6.3 组批规则

一个检验批可由一个生产批组成。

槽车发货时，每个槽车为一个检验批。小型容器发货时，同一储罐产品以每批次装运量为一个检验批。

6.4 判定规则

检验结果全部符合表 1 中规定的技术要求时，判定本批产品合格。

检验结果中有不符合表 1 中规定的技术要求时，按 GB/T 4756 的规定重新抽取双倍量样品进行复验。复验结果仍有一项不符合表 1 中的技术要求规定时，则判定该批产品为不合格。

7 标志、标签和随行文件

7.1 产品的标志和标签内容应包括：产品名称、商标、型号、批号、净重、生产企业名称和地址等。

7.2 安全标志和标签的内容应符合 GB 190、GB 15258 规定。

7.3 每批产品出厂时应提供以下随行文件。

- 产品合格证或检测报告；
- 产品说明书；
- 化学品安全技术说明书。

8 包装、运输、贮存

8.1 本产品应装入洁净、干燥的油罐、油罐车、铁桶等容器中，加盖密封后贮存或运输。本品注入上述容器时，应考虑到随气温变化的膨胀性，留出必要的安全空间，且不应充满。

8.2 本产品应存放于通风良好处。保持容器密闭。存放处须加锁。

9 安全

产品的运输、储存、使用和事故处理等涉及安全方面的数据和信息，应包括在该产品的“化学品安全技术说明书”中。生产商或供应商应提供符合 GB/T 16483 规定的化学品安全技术说明书。

10 物性参数

太阳能热发电有机热载体在使用温度范围内的密度、运动粘度、比热容、导热系数、蒸气压、气化潜热、热焓等与传热、储热系统设计有关的物性参数应由生产商和供应商提供。

附录 A
(规范性附录)

太阳能热发电有机热载体组分含量的测定 气相色谱法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

A.1 原理

样品及其被测组分被气化后，随载气同时进入色谱柱，使其中各组分得到分离，分离后的各组分用火焰离子化检测器检测，用带校正因子的面积归一化法进行定量，计算联苯、联苯醚的质量分数。

A.2 试剂或材料

A.2.1 丙酮：GB/T 686，分析纯。

A.2.2 氢气：GB/T 3634.2，纯氢。质量分数不低于 99.99%

A.2.3 氮气：GB/T 3864，纯氮。质量分数不低于 99.99%。

A.2.4 净化空气。

A.3 仪器设备

A.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器，FID 检测限 $\leq 5 \times 10^{-12}$ g/s(正十六烷/异辛烷)。

A.3.2 色谱工作站。

A.3.3 色谱柱：5%二苯基-95%二甲基硅氧烷共聚物的石英毛细管色谱柱，规格 $\phi 0.25\text{mm} \times 30\text{m} \times 0.25\mu\text{m}$ 或能达到分离要求的毛细管色谱柱。

A.3.4 分析天平：感量 0.1mg。

A.3.5 微量注射器：10 μL 。

A.4 样品

A.4.1 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。准确称量联苯、联苯醚等标样共 1g 左右（称准至 0.0001g）于试剂瓶中，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含量进行换算。

A.4.2 试验样品配制

称取约 1g 样品于试剂瓶中，用 10mL 丙酮稀释，混合均匀后备用。

A.5 试验步骤

A.5.1 设定操作条件

推荐的典型操作条件见表 A.1，调节仪器至表 A.1 所示的操作条件，待仪器稳定后进行测定。

表 A.1 典型操作条件

柱初温	130℃	载气	N ₂
保持时间	10min	载气线速度	35 cm/s
一阶升温速率	10℃/ min	氢气流量	30mL/min
柱终温	250℃	空气流量	300mL/min
气化室温度	280℃	尾吹流量	30mL/min
检测器温度	280℃	分流比	50:1

表 A.1 所列为典型的操作条件，允许根据实际情况作适当调节，但须符合下列要求：

- (1) 联苯与联苯醚的分离度 $R \geq 1.5$ ；
- (2) 进样量和仪器的灵敏度应控制在联苯醚组分的线性响应范围内。

在上述操作条件下，联苯—联苯醚的典型色谱图如图 A.1 所示，各组分的相对保留值见表 A.2。

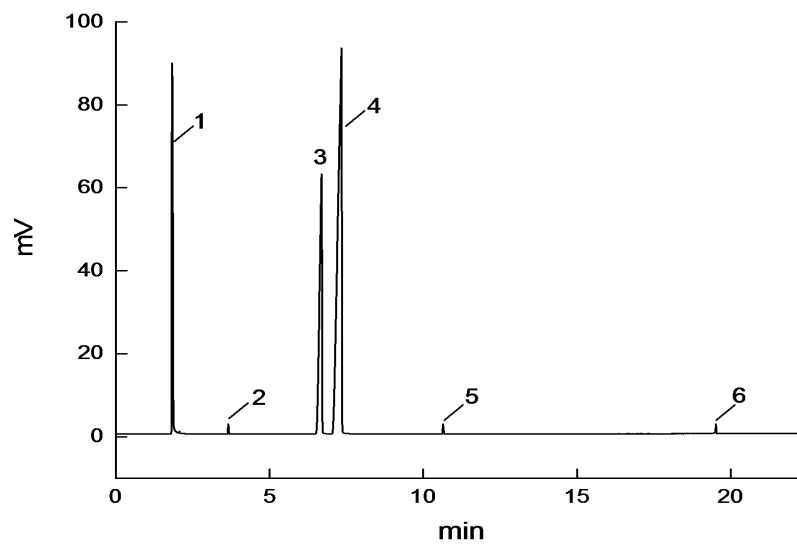


图 A.1 联苯—联苯醚的典型色谱图

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	0.25
2	未知	0.50
3	联苯	0.91
4	联苯醚	1.00 (7.34min)
5	未知	1.47
6	未知	2.67

A.5.2 校正因子的测定

A.5.2.1 标样的色谱分析

按 A.5.1 调整好色谱仪，用微量注射器注入 0.5μL 标准样品 (A.4.1)，使总的峰面积在 $1 \times 10^7 \mu\text{V}\cdot\text{s} \sim 2 \times 10^7 \mu\text{V}\cdot\text{s}$ 范围内。平行测定 3~5 次，通过色谱工作站测量峰面积，并确保每次对联苯、联苯醚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.5.2.2 校正因子的计算

A.5.2.2.1 以联苯醚为基准物，按公式 (A.1) 计算各组分相对校正因子：

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

式中：

f_i —— i 组分的相对校正因子；

A_i —— i 组分的峰面积， $\mu\text{V}\cdot\text{s}$ ；

$A_{\text{联苯醚}}$ ——联苯醚的峰面积， $\mu\text{V}\cdot\text{s}$ ；

m_i —— i 组分的质量数值，g；

$m_{\text{联苯醚}}$ ——联苯醚的质量数值，g。

A.5.2.2.2 校正因子的验证周期

在正常条件下，校正因子每个三个月验证一次，以保证定量的准确性。但如果色谱条件改变，则必须重新验证校正因子。

A.5.3 试验样品的测定

每个样品重复测定两次，取两次测定结果的算术平均值为测定结果。

用微量注射器注入 0.5μL 试样 (A.4.2)。每次测定使总的峰面积在 $1 \times 10^7 \mu\text{V}\cdot\text{s} \sim 2 \times 10^7 \mu\text{V}\cdot\text{s}$ 范围内，并确保对联苯和联苯醚等组分的切割方式与测定校正因子时的方式一致。

A.6 试验数据处理

组分含量以质量分数 X_i 计，按公式 (A.2) 分别计算联苯、联苯醚组分的质量分数：

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

式中：

X_i — i 组分的质量分数，%；

A_i — i 组分的峰面积， $\mu\text{V}\cdot\text{s}$ ；

f_i — i 组分的相对校正因子；

n —试样中所检出组份总数。

其它未知组分的校正因子以 1.0000 计算。

计算结果表示到小数点后两位。

以联苯和联苯醚质量分数之和为产品的纯度。

A.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.07，以大于 0.07 的情况不超过 5% 为前提。

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.6，以大于 0.6 的情况不超过 5% 为前提。

A.8 试验报告

试验报告至少应包括下述内容：

- a) 被测产品的名称、型号及相关信息；
- b) 注明本标准编号；
- c) 试验结果；
- d) 观察到的异常现象；
- e) 试验日期；
- f) 检测人员。

附 录 B
(资料性附录)
标准的起草单位和主要起草人

B.1 本标准起草单位：江苏中能化学科技股份有限公司、中国锅炉水处理协会、中国科学院电工研究所、中广核太阳能开发有限公司、山东天一化学股份有限公司、北京天瑞星光热技术有限公司、苏州首诺导热油有限公司、中海阳能源集团股份有限公司、中国华能集团清洁能源技术研究院有限公司、中国电力工程顾问集团西北电力设计院有限公司、深圳市爱能森科技有限公司、华电新能源技术开发公司、成都博昱新能源有限公司。

B.2 本标准主要起草人：嵇春荣、王骄凌、吴朝阳、徐二树、赵慎俭、刘鹏、郭琳媛、陈步亮、陈浩、陆钧、裴杰、赵晓辉、曾智勇、王佩明、刘俊。