

高熔点煤基费托蜡密度测定方法

李茜茜

国能宁夏煤业精蜡化工有限公司

DOI:10.32629/btr.v8i12.5165

[摘要] 高熔点煤基费托蜡依托煤基费托合成工艺制得,属于高端蜡制品,主要成分为长链正构烷烃,碳组分分布集中,结晶度高,熔点通常超过90℃,多用于热熔胶、蜡乳液、塑料改性、化妆品等行业。密度作为核心理化指标,直接决定下游配方设计与产品质量验收结果。该蜡料黏度高,密度对温度变化十分敏感,检测中气泡难以彻底脱除,读数容易出现偏差,传统检测方法无法满足精度与重复性要求。本文结合物料理化特点与检测痛点,建立包含试样预处理、恒温装填、规范读数、误差管控在内的密度检测体系,辅以数据校正与重复性验证手段,为该类产品的精准检测提供标准化技术方案。

[关键词] 煤基费托蜡; 高熔点; 密度测定; 物性检测; 试验优化

中图分类号: TQ223.12 文献标识码: A

Method for Determining the Density of High-Melting-Point Coal-Based Fischer-Tropsch Wax

Xiqian Li

CHN Energy Ningxia Coal Industry Jingla Chemical Co., Ltd.

[Abstract] High-melting-point coal-based Fischer-Tropsch wax is produced through the coal-based Fischer-Tropsch synthesis process and is a high-end wax product. Its main components are long-chain normal paraffins, with a concentrated carbon-component distribution and high crystallinity. Its melting point is generally above 90 °C, and it is widely used in hot-melt adhesives, wax emulsions, plastic modification, cosmetics, and other industries. As a key physicochemical indicator, density directly affects downstream formulation design and product quality acceptance. The wax has high viscosity and its density is highly sensitive to temperature variations. In addition, bubbles are difficult to completely remove during testing, which can easily lead to deviations in readings. Therefore, traditional testing methods cannot fully meet the requirements for accuracy and repeatability. Based on the physical and chemical characteristics of the material and the challenges encountered in testing, this paper establishes a density determination system covering sample pretreatment, constant-temperature filling, standardized reading, and error control, supplemented by data correction and repeatability verification, thereby providing a standardized technical approach for the accurate determination of density in such products.

[Key words] coal-based Fischer-Tropsch wax; high melting point; density determination; physical property testing; experimental optimization

引言

高熔点煤基费托蜡是煤炭经费托合成得到的高端蜡产品,主要由长链正构烷烃构成,碳数分布集中、结晶度优异,熔点大多在90℃以上,在热熔胶、蜡乳液、塑料改性、化妆品等行业应用广泛。密度作为关键理化指标,对下游配方研发和产品质量检验起到决定性作用。该蜡料黏度大、密度随温度变化明显,检测时气泡不易彻底脱除,读数波动较大,传统密度检测方式适用性较差,很难保证检测数据的精度与重复性。本文结合物料理化特

点与现场检测痛点,建立了一套完整的密度检测方案,覆盖试样预处理、恒温装填平衡、规范读数、全流程误差管控等环节,搭配数据校正与平行试验验证手段,可为高熔点煤基费托蜡密度的精准检测提供标准化技术参考。

1 高熔点煤基费托蜡理化特性及检测难点

高熔点煤基费托蜡以长链正构烷烃为主要组分,碳数分布集中,异构烷烃、烯烃及含氧化合物等杂质含量极低,整体组分均匀,分子排列规整,结晶度高。其熔点普遍高于90℃,固态状态

下分子排列紧密、结构致密, 熔融后形成透明均一的高黏度液态体系, 温度出现小幅波动即可引起黏度与体积的显著变化, 降温过程中结晶析出速度快。该类特殊理化特征使其密度检测区别于常规蜡品与油品, 同时带来多项检测难点。(1) 试样预处理难度较高。固态费托蜡呈致密块状结构, 直接加热熔融时易出现表层过热而内部熔融不彻底的情况, 残留的未熔融固体颗粒会干扰液面形态与体积计量的准确性, 直接造成检测误差。(2) 温度控制精度要求严苛。高熔点费托蜡密度对温度极为敏感, 微小的温度偏差即会引发黏度与体积的明显变化, 常规恒温设备难以满足其精准温控需求。(3) 除气难度大。熔融后的高黏度蜡液内部极易包裹微小气泡, 且因黏度高导致气泡上浮排出速度缓慢, 常规静置除气方式无法彻底消除气泡干扰, 直接影响体积检测精度。最后是读数稳定性差。高黏度蜡液液面张力大, 液面弯月面形态不规整, 读数时容易产生偏差, 降低检测结果的重复性与可靠性^[1]。

2 密度测定试验基础条件

2.1 试验试样

试验选用纯正高熔点煤基费托蜡试样, 试样外观应均匀一致、色泽洁净, 无氧化变色、无夹杂杂质、无分层絮状结构等异常状态。试验前需对试样进行预处理, 首先去除试样表层因暴露环境而产生的氧化污染部分, 并彻底清理表面附着的粉尘与异物, 保证试样本体组分纯净, 避免外来物质对蜡液物性造成干扰。为改善熔融过程的均匀性, 需将块状试样采用机械方式粉碎为粒径均匀的细小颗粒, 缩小不同颗粒之间的受热粒径差异, 使试样在升温过程中各部分吸热速率趋于一致, 有效规避因粒径差异过大导致的局部熔融滞后或受热不均等问题, 确保蜡液组分均一、状态稳定, 从试样源头降低检测误差, 为后续密度测定提供可靠的样品基础。

2.2 试验仪器与设备

本次测定选用适配高黏度、高温液态介质的密度检测设备, 核心仪器包括高精度恒温水浴装置、玻璃密度计、容量测定器皿、精密温度计、真空除气装置及分析天平。恒温水浴装置具备精准控温功能, 温控精度可达 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$, 可在长时间试验过程中持续维持温度稳定, 满足高熔点蜡液恒温平衡对温度环境的严格需求。玻璃密度计专门适配高黏度液体检测, 刻度分度精度高、管壁光滑洁净, 可有效减少蜡液在管壁上的附着残留, 降低读数干扰。精密温度计分度值不高于 0.1°C , 可实时、准确地监测试验体系温度变化。容量测定器皿与分析天平均需满足相应计量精度要求, 确保体积与质量数据可靠。所有试验仪器在正式使用前均需完成校准验证, 确认计量精度符合检测标准要求, 从源头消除仪器系统误差, 保障检测数据的精准度^[2]。

2.3 试验环境要求

试验全程在密闭、无尘、恒温试验室开展, 试验室环境温度稳定控制在 $20^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$, 环境湿度保持恒定, 避免温湿度大幅波动对试验体系造成干扰。试验操作台保持水平、无震动, 防止震动引发蜡液液面波动、气泡产生及密度计偏移。同时规避阳光

直射、气流扰动等外部干扰因素, 保障试验体系稳定, 为精准检测提供基础环境支撑。

3 高熔点煤基费托蜡密度测定核心方法

3.1 试样预处理工艺

样品前处理是保障高熔点煤基费托蜡密度检测精准度的关键环节, 该步骤主要目的是让试样充分熔融、组分均匀, 保证体系内不存在杂质与包裹气泡。先把粉碎后的精制蜡样称重, 放入洁净干燥的试验容器内, 缓慢加热至高于试样熔点 $10\sim 15^{\circ}\text{C}$, 全程把控升温速度, 防止升温过快造成蜡样局部高温碳化或是表层起泡, 破坏熔体的均匀性。升温结束后保持温度静置一段时间, 让蜡样充分受热完全熔化成均匀透明的液态, 避免未熔融的固体颗粒残留干扰后续体积测量。熔融完成后对蜡液开展真空脱气处理, 借助负压环境降低熔体内部压力, 让高黏度蜡液里裹挟的微小气泡顺利上浮逸出, 从根源上规避气泡带来的体积测量误差。脱气结束后继续恒温静置, 仔细检查蜡液状态, 确认没有悬浮固体颗粒、残余气泡以及析出现象, 体系整体稳定后, 才能开展后续密度测试工作。规范的预处理流程能够最大程度排除前期试样带来的检测干扰, 有效提升最终检测数据的准确度与试验重现性^[3]。

3.2 恒温平衡与试样装填

将真空除气后的熔融煤基高熔点费托蜡液, 沿预先洁净预热的密度计量筒筒壁匀速缓慢注入, 严控液流速率, 规避涡流裹挟气泡、蜡液飞溅及液面畸变问题, 保障体积计量精度, 注液量需匹配量筒标定容积。试样装填完毕后, 将量筒垂直放置于高精度恒温水浴, 水浴温度设置为试验规定温度, 稳定温控环境。鉴于该费托蜡黏度衰减慢、热传导效率偏低, 蜡液内部温度均匀耗时远高于常规低黏度油品, 需延长恒温平衡时长, 消除蜡液上下层温度梯度, 实现试样整体热平衡, 规避局部温度不均引发的密度偏差。恒温阶段持续观测液面工况, 重点排查内部微量上浮气泡、液面波动及形态异常现象; 若检出气泡或液面失稳, 需静置至气泡完全逸出、液面平整稳定后再开展读数操作, 保证测试体系状态均一, 提升密度检测数据的准确度与试验重复性。

3.3 读数与数据记录

等待量筒内部蜡液温度稳定不变、液面平整顺滑, 同时确认液体中没有残留气泡、也未出现结晶析出的情况下, 才能开始密度计读数工作, 选用的密度计必须在计量校准有效期内。将校准合格的密度计顺着量筒中轴线平稳垂直放入蜡液中, 放缓下放速度, 避免冲击打乱液面形态或是带入新的气泡, 让密度计在蜡液中自然悬浮, 切勿接触量筒侧壁与底部, 防止仪器发生倾斜偏移, 保证读数环境符合试验要求。放入密度计后静置片刻, 等到刻度数值不再浮动时再读取数据, 以弯月面下缘切线作为读数参照, 观测视线保持水平, 避免仰视、俯视引发读数偏差, 单次读数需一次性完成。单次测量结束后间隔固定时间做多组平行测定, 每次读数前核对温度与液面状态, 详实记录密度数值、试验温度、环境温度和检测时间。借助统计学方式筛选原始检测数据, 剔除异常偏离的数据, 保留有效数据用于密度计算与结果判

定,依托平行试验和数据管控手段,进一步提高检测结果的精确度、可靠性与试验重现性。

4 试验误差控制与数据校正

4.1 系统误差控制

高熔点煤基费托蜡密度检测产生的系统误差,大多来自仪器精度缺陷和温度波动两类因素,想要有效规避,就要落实仪器标准化校准工作,同时做好全过程精细化温度管控。正式试验开始前,需要依次对密度计、温度计、恒温水浴装置逐项开展计量校准,确保所有设备的测量精度满足现行检测规范。密度计要在标准温度条件下完成校准核验,温度计通过和标准测温器具比对修正,水浴装置则需验证温场的均匀程度与控温稳定性,从设备源头消除精度不足带来的系统偏差。试验全程实时监测水浴温度,把温度波动范围限定在 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 之内,防止温度起伏造成蜡液出现体积胀缩、黏度改变等问题,维持试验条件稳定。另外所有试验器具都要清洗干净并充分干燥,不能残留水分、固体杂质,避免外来污染物改变蜡料原有物理特性,从试验环境上切断系统误差的产生来源^[4]。

4.2 操作误差控制

操作误差是高熔点煤基费托蜡密度测定的主要误差来源,覆盖试样熔融、真空除气、试样装填、密度读数全流程,各环节需执行标准化操作管控。试样熔融时采用匀速慢速升温方式,防止升温速率过高引发蜡样局部过热碳化,避免出现表层熔融、内部未熔的不均现象,保障熔融蜡液组分均匀稳定。真空除气过程需满足规定真空度并充分静置,充分脱除高黏度蜡液内包裹的微小气泡,消除气泡对体积计量造成的精度干扰。蜡液装填时沿量筒内壁匀速缓慢加注,严控液流速度,防止流体裹挟气泡、引发液面剧烈波动。读数环节统一以弯月面下缘切线为判定基准,观测视线与液面保持水平,规避视角偏差带来的读数误差。密度计需沿量筒中轴线垂直缓慢下放,使其在蜡液中自由悬浮,不得接触筒壁与筒底,防止仪器倾斜偏移产生测量偏差。通过全流程操作标准化管控,从人为操作维度降低偏差,保障检测数据精准可靠、试验结果具备良好重复性。

4.3 数据处理与重复性验证

为确保高熔点煤基费托蜡密度检测数据可靠且具备代表性,每组试样需在统一温度、相同操作规范下开展多组平行试验,采集多组有效测定数据。数据处理时,先计算所有有效数据的算

术平均值作为测定最终结果,同步求取数据极差与相对偏差,对照现行标准限定的允许偏差评价试验重复性;对超出偏差限值的异常数据予以剔除,不参与结果计算,依托统计学手段保证样本数据合理有效。剔除异常值后,结合实测水浴温度开展密度温度校正。高熔点费托蜡密度对温度敏感度高,不同测试温度会产生系统测量偏差,需依据其体积温度膨胀系数,将各组平行检测结果统一换算至标准参考温度,消除温度差异带来的数据偏差,统一数据比对基准,实现不同批次检测数据横向可比。通过重复性校验、异常值筛选及温度校正一系列规范化处理,可有效提升密度检测结果的精准度与稳定性,所得数据能够为产品质量管控、生产工艺优化提供可靠的技术支撑。

5 结束语

高熔点煤基费托蜡的密度检测属于系统性试验,对样品前处理、温度管控、操作流程和数据处理都有着严苛要求。本文结合这类蜡料独特的理化性质,详细介绍了从试样破碎、熔融真空脱气、恒温装样到密度计读数的整套试验操作要点,同时分别针对系统偏差、人为操作失误以及检测数据修正制定了对应的防控措施。实际试验结果证明,缓慢匀速升温、充分真空脱除熔体气泡、适当延长恒温静置时长、统一观测读数标准并完成温度系数校正,能够有效规避高黏度、高结晶特性带来的各类检测干扰,显著提升测试结果的准确度与重现性。这套检测及误差管控方案不仅能够为该类产品质量管控、工艺改良提供可靠依据,也可为其他同类型高黏度固体蜡的密度测试工作提供可行参考。

[参考文献]

- [1]郭亮.高熔点煤基费托蜡密度测定方法研究[J].山西化工,2025,45(7):105-106.
- [2]蒋晨光,李虎,张胜振.高熔点费托蜡色度分析及脱色研究[J].洁净煤技术,2022,28(7):111-119.
- [3]王峰.锅炉燃煤机组掺烧低热值煤的调峰控制方法[J].电力设备管理,2025(15):76-78.
- [4]王丰吉,梁泓立,伊锦昊.钠盐种类对煤灰熔融特性的影响规律及机理[J].煤炭学报,2025,50(12):5400-5408.

作者简介:

李茜茜(1990--)女,汉族,甘肃人,本科,助理工程师,研究方向:化工。