

中华人民共和国国家标准

GB/T 17144—2021

代替 GB/T 17144—1997

石油产品 残炭的测定 微量法

Petroleum products—Determination of carbon residue—Micro method

(ISO 10370:2014, MOD)

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

版权声明

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 17144-2021
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100211217097205
防伪号: 2021-1217-1023-3466-2419
时 间: 2021-12-17
定 价: 24元

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
石油产品 残炭的测定 微量法
GB/T 17144—2021

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.spc.org.cn

服务热线:400-168-0010

2021年10月第一版

*

书号: 155066·1-68793

版权专有 侵权必究

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》规定起草。

本文件代替 GB/T 17144—1997《石油产品残炭测定法(微量法)》，与 GB/T 17144—1997 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了引言；
- b) 更改了标准名称，由原名称“石油产品残炭测定法(微量法)”修改为“石油产品 残炭的测定微量法”；
- c) 更改了范围(见第 1 章,1997 年版的第 1 章)；
- d) 术语“残炭”增加了的两个注(见 3.1)；
- e) 删除了意义和用途(见 1997 年版的第 4 章)；
- f) 更改了方法概要(见第 4 章,1997 年版的第 5 章)；
- g) 更改了对样品管材质的规定、4 mL 样品管的使用要求及可使用其他材质样品管的说明(见 6.1,1997 年版的 7.1)；
- h) 更改了图 1 和图 2 中部件的注释说明(见 6.3、6.4,1997 年版的 7.3、7.4)；
- i) 更改了样品准备(见第 7 章,1997 年版的第 8 章)；
- j) 将样品的称量归入试验步骤章条,修改了表 1 样品取样要求,同时在表 1 中增加了推荐使用样品管的内容(见第 8 章,1997 年版的第 9 章、第 10 章)；
- k) 更改了计算,增加了本方法与康氏残炭法的测定值关系的表述(见第 9 章,1997 年版第 11 章)；
- l) 将“报告”更改为“结果表示”,删除了以重复测定两次结果的算术平均值作为报告值的要求(见第 10 章,1997 年版的第 13 章)；
- m) 增加了使用 4 mL 样品管测定中间馏分 10%(体积分数)蒸余物残炭的重复性限和再现性限(见第 11 章,1997 年版的第 12 章)；
- n) 将“10%(体积分数)蒸馏残余物”更改为“10%(体积分数)蒸余物”(见第 7 章,1997 年版的第 8 章),将“生焦箱”“成焦箱”修改为“成焦炉”(见 6.3,1997 年版的 7.3)；
- o) 增加了试验报告(见第 12 章)。

本文件使用重新起草法修改采用 ISO 10370:2014《石油产品 残炭的测定 微量法》。

本文件与 ISO 10370:2014 相比做了下述结构调整：

——将 ISO 10370:2014 中范围的两条注和第四段内容移至 3.1 条术语下,并将第二段移入引言,以符合我国标准的编写要求；

——将 ISO 10370:2014 中样品转移并入试验步骤,以符合行业编写习惯；

——删除了 ISO 10370:2014 参考文献[4]及对该文件的引用。

本文件与 ISO 10370:2014 的主要技术差异及其原因如下：

——为使用方便,将引用的国际文件替换为相应的我国文件；

——修改了 ISO 10370:2014 中 6.1 的注 1 内容,以符合我国编写规则；

——对 ISO 10370:2014 中 6.4 的图 2 增加了标引序号 7,指示样品管的参考位置,以方便理解；

——修改了 ISO 10370:2014 中 7.3.2 规定制备中间馏分 10%(体积分数)蒸余物步骤的描述,以方便使用；

GB/T 17144—2021

——修改了 ISO 10370:2014 中 8.3 的表 1, 避免称样量及样品管使用的混淆。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出并归口。

本文件起草单位:中石化炼化工程(集团)股份有限公司洛阳技术研发中心、中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院、中国石油化工股份有限公司洛阳分公司、中石化(洛阳)科技有限公司。

本文件主要起草人:贾菁、李恽、刘亚文、李祎、李茂生、白正伟、吕大伟。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

——1997 年首次发布为 GB/T 17144—1997;

——本次为第一次修订。

订单号: 0100211217097205 防伪编号: 2021-1217-1023-3466-2419 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

引 言

本文件微量法所得测量结果与康氏法所得测量结果在 0.10%~25.0%(质量分数)范围内在统计意义上无显著性差别,详见附录 A。

北京中培质联 专用

订单号: 0100211217097205 防伪编号: 2021-1217-1023-3466-2419 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

石油产品 残炭的测定 微量法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件的使用可能涉及某些有危险的材料、设备和操作，本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了用微量法测定石油产品残炭的方法。

本文件适用于石油产品，其测定残炭质量分数的范围为 0.10%~30.0%。本文件也可用于测定残炭质量分数低于 0.10% 的石油产品，但是精密度尚未确定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6536 石油产品常压蒸馏特性测定法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

残炭 carbon residue

在本文件所规定的限氧（空气）条件下，试样经过蒸发和高温热解后所形成的残留物。

注 1：残炭可用于估计石油产品在相似的降解条件下，形成炭质型沉积物的趋势，并可用于评估同类石油产品的相对生焦趋势。因此，宜从以上方面理解结果。

注 2：灰分（见 GB/T 508）和样品中不挥发的添加剂也会作为残炭，计入总残炭报告值的一部分。一些馏分燃料中，有机硝酸酯的存在可能导致异常偏高的残炭。燃料中的硝酸烷基酯含量可使用 SH/T 0559 测定。

4 方法概要

将已称重的试样放入一个样品管中，在规定的时间内以可控方式于惰性气流（氮气）下加热到 500℃。加热过程中易挥发物质随氮气排出，称量残留的炭质型残渣质量得到残炭数值。

5 材料

氮气：纯度 98.5%（体积分数）以上，经减压阀调节后以 0 kPa~200 kPa 的压强输出。

注：实际使用的最低输出压强为 140 kPa。

6 仪器设备

6.1 玻璃样品管：容量 2 mL，外径 12 mm，高约 35 mm。测定残炭低于 0.20%（质量分数）的试样时，

可使用容量为 4 mL、外径 12 mm、高约 72 mm 的样品管,但未对此条件进行精密度研究。若可证明其他材质样品管对测定结果不产生影响,可使用其他材质样品管。

注 1: 使用 4 mL 样品管和自动蒸馏仪测定中间馏分的 10%(体积分数)蒸余物残炭的方法精密度见第 11 章。

注 2: 对于残炭低于 0.10%(质量分数)的试样,可使用容量约为 20 mL 的样品管(外径 20.5 mm~21 mm,高约 70 mm±1 mm),以便增加残炭质量。此时,推荐使用 5g 的样品量。尚未获得此条件的精密度。此条件也适用于残炭较低的 10%(体积分数)蒸余物样品的残炭测定。

6.2 滴管或玻璃棒:用于移取、转移样品。

6.3 成焦炉:具有一个圆形加热室,直径约为 85 mm,深约 100 mm,能够以每分钟 10 °C~40 °C 的加热速率加热到 500 °C。具有一个内径为 13 mm 的排气孔,以氮气吹扫加热室内腔(进气口靠近顶部,内径 1 mm;排气孔在底部中央)。在成焦炉加热室内设置一个热电偶传感器,其位置靠近样品管壁但不与样品管壁接触。加热室具有一个可隔绝外界空气的顶盖。冷凝物出口直接接入一个短的垂直部件,绝大部分蒸气在垂直部件中冷凝,并流入位于炉室底部可拆卸的收集器中。成焦炉的具体构造如图 1 所示。

6.4 样品管支架:一个铝合金制的圆柱体,直径约为 76 mm,厚约 17 mm,柱体上均匀分布 12 个孔(放样品管),每个孔直径 13 mm,深 13 mm。12 个孔以圆形样式均匀排列,孔距离圆柱体边缘约 3 mm。支架的支脚长 6 mm,并具有中心定位导向装置,圆柱体侧面有一个指示标记用作位置参考。典型的支架外观如图 2 所示。

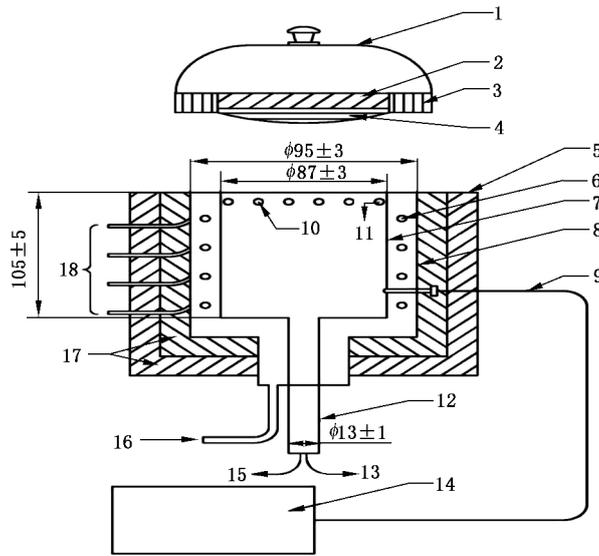
6.5 热电偶:铁-康铜,带有一个外部读数装置,测温范围包含 450 °C~550 °C。

6.6 分析天平:感量 0.1 mg。

6.7 冷却器:干燥器或类似的容器,不加干燥剂。

北京中培质联 专用

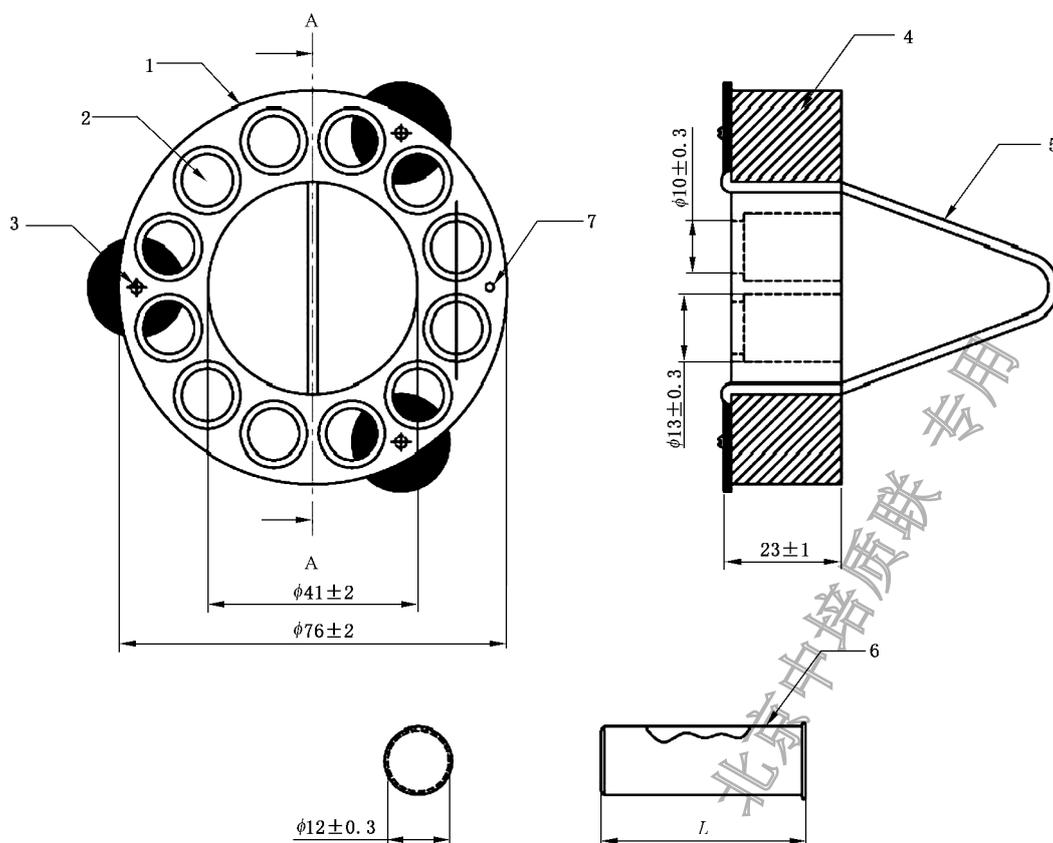
单位为毫米



标引序号说明：

- | | |
|-----------------|------------------------|
| 1 —— 顶盖； | 2 —— 绝热层； |
| 3 —— 陶瓷圆环； | 4 —— 304 不锈钢顶塞球面； |
| 5 —— 成焦炉； | 6 —— 加热盘管剖面； |
| 7 —— 圆柱形内壳体； | 8 —— 圆柱形外壳体； |
| 9 —— 热电偶导线； | 10 —— 系列进气口(直径为1 mm)； |
| 11 —— 氮气入口； | 12 —— 不锈钢排气管； |
| 13 —— 冷凝物； | 14 —— 微处理机控制系统； |
| 15 —— 烟气； | 16 —— 氮气供给入口； |
| 17 —— 绝热材料(两层)； | 18 —— 圆形加热盘管,700 W 两组。 |

图 1 成焦炉和顶盖



标引序号说明：

- 1——样品管支架；
- 2——均匀分布的12个孔(样品管松散摆放)；
- 3——支脚小螺钉(3个)-钢自定心垫圈(每个支脚一个)；
- 4——环(铝合金材质)；
- 5——手柄(不锈钢合金材质)；
- 6——样品管；
- 7——指示标记,样品管位置参考；
- L ——样品管长度,2 mL 样品管为 $37 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$,4 mL 样品管为 $72 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ 。

图2 样品管和样品支架

7 样品准备

7.1 通则

对于主要由馏分油组成的样品,可按7.2制备试样,或按7.3的蒸馏方法制备10%(体积分数)蒸余物。后者的试验步骤中使用4 mL的样品管(6.1),可用于残炭低于0.30%(质量分数)的中间馏分油样品。

7.2 常规步骤

充分搅拌待测样品,若需要降低黏度可先加热样品。若样品为液态,可使用滴管或玻璃棒将样品直接转移至样品管(6.1)中。若样品为固态,需先加热样品,或用液氮冷冻后破碎成易处理的块状。

7.3 改进步骤

7.3.1 对于残炭低于 0.10% (质量分数) 的石油馏分, 在进行测定前, 可使用 7.3.2 和 7.3.3 中的步骤制备 10% (体积分数) 蒸余物。

7.3.2 使用前应确保样品管(6.1)干净并保存在干燥器中(无干燥剂)。按照 GB/T 6536 给出的程序制备 10% (体积分数) 蒸余物, 仪器设备的安装按 GB/T 6536 进行, 使用无炭沉积物的干净 125 mL 烧瓶, 加入六粒玻璃或陶瓷材质的防暴沸小珠(推荐直径为 1.5 mm 或 2.5 mm), 以助于混合蒸余物并减少暴沸。蒸馏烧瓶颈部的温度计可省略, 以密封良好的软木塞或硅橡胶塞塞紧蒸馏烧瓶瓶口, 使其安全牢固。因为收集馏出物的体积是关键, 而馏出物的温度不重要, 故温度计可以省略。但对于自动蒸馏装置, 为保证仪器正常工作, 温度记录设备可能是必要的。

7.3.3 当收集器中馏出物的体积为 89 mL 时, 停止加热。当液体继续流入收集容器恰好为 90 mL 时, 移开收集器, 换上小玻璃瓶, 收集从冷凝管流出的最后馏出物, 并趁热与蒸馏烧瓶中的残余物合并混合均匀, 混合后立即转移 2.5 mL~3.0 mL 的蒸余物至已称重的 4 mL 样品管中并重新称量。确保未将防止暴沸的小珠倒入样品管中。此混合的残余物代表原样品的 10% (体积分数) 蒸余物。

8 试验步骤

8.1 在称量和加入试样过程中, 用镊子夹取样品管, 以减少重量误差。废弃使用过的样品管。

8.2 称量洁净的样品管, 记录质量, 精确至 0.1 mg。

8.3 称量适量的试样(见表 1)至已称重的样品管底部, 尽量避免样品沾在样品管壁上, 再称量盛有样品的样品管, 精确至 0.1 mg。将装有试样的样品管放入样品管支架上(最多 12 个), 根据标记记录每个试样对应的位置。每批实验样品可包含一个质控样品, 这个质控样品可以是一个典型的样品, 并在同一仪器至少测定 20 次以上, 以获得此典型样品残炭的平均值及标准偏差 s 。当质控样品的测定结果在该试样残炭平均值的 $\pm 3s$ (s 为所测定质控样品残炭的标准偏差) 范围内时, 则认为这批试样的测试结果可信。若质控样品的测试结果超出上述范围, 则表明试验步骤或仪器有问题。

表 1 试样称取量

样品类型	样品描述	预计残炭值 (质量分数)/%	试样量/g	样品管
非中间馏分	黑色黏稠或固态	>5.0	0.15±0.05	2 mL
	褐色或黑色不透明可流动	1.0~5.0	0.50±0.10	2 mL
	透明或半透明	0.2~1.0	1.50±0.50	2 mL
	透明或半透明	<0.2	3.00±0.50	4 mL ^a
	透明或半透明	<0.1	5.00±0.50	20 mL ^b
中间馏分	中间馏分 10% (体积分数) 蒸余物	<0.3	3.00±0.50	4 mL ^c
	中间馏分 10% (体积分数) 蒸余物	<0.1	5.00±0.50	20 mL ^b

^a 当透明或半透明样品(非中间馏分)的残炭小于 0.2% (质量分数) 时, 可以使用 4 mL 样品管测定样品残炭(见 6.1)。
^b 残炭小于 0.1% (质量分数) 的透明或半透明样品(非中间馏分)以及中间馏分[10% (体积分数)]蒸余物样品, 可使用 20 mL 样品管并称取 5.00 g 样品(见 6.1 注 2)。
^c 残炭小于 0.3% (质量分数) 的中间馏分[10% (体积分数)]蒸余物样品测定, 按 7.3 步骤制备蒸余物样品, 使用 4 mL 样品管。

8.4 当成焦炉炉温低于 100 °C 时,将放有样品管的样品管支架(如 8.3 所述)放入炉膛内,并盖好顶盖。以流速 600 mL/min 的氮气吹扫至少 10 min,然后将氮气流速降到 150 mL/min,并以 10 °C/min~15 °C/min 的加热速率将成焦炉升温至 500 °C。

8.5 成焦炉在 500 °C±2 °C 恒温 15 min,然后关闭成焦炉电源,让其在 600 mL/min 的氮气流吹扫下冷却。当炉温降低至 250 °C 时,把样品管支架取出,并放入干燥器中进一步冷却。

注 1: 在样品管支架从加热炉中取出后关闭氮气。若样品管中试样由于气泡或溅出引起试样损失,则舍弃该试验,重新测试。

注 2: 试样飞溅可能是由含水造成的,可先在减压状态下缓慢加热,然后用氮气吹扫除去水分,或减小试样量。

注 3: 成焦炉炉温冷却至 100 °C 后方可进行下一次实验。

警示——因为引入的空气(氧气)会和挥发性焦化产物形成爆炸性混合物,所以在加热过程中,任何时候都不能打开加热炉盖子。在冷却过程中,只有当炉温降低至 250 °C 时,方可打开炉盖。在样品管支架从炉中取出后,方可停止通氮气。成焦炉应放在实验室通风柜内,以便及时地排放烟气,也可将加热炉排气管接到实验室排气系统中排走烟气,注意不要造成管线负压。

8.6 用镊子夹取样品管,将其转移至另一干燥器中,让其冷却到室温。称量样品管,精确至 0.1mg,记录。

8.7 检查成焦炉底部的冷凝物收集器,必要时倒掉收集器中的废物并重新装好。

警示——成焦炉底部冷凝收集器中的残留物,可能含有一些致癌物质,应避免与其接触,并按照适合的处理方法进行处理。

9 计算

按式(1)计算原试样或 10%(体积分数)蒸余物的残炭:

$$u = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

u ——原试样或 10%(体积分数)蒸余物的残炭(质量分数);

m_1 ——空样品管的质量,单位为克(g);

m_2 ——空样品管加试样的质量,单位为克(g);

m_3 ——空样品管的质量加残炭质量,单位为克(g)。

微量法测定的残炭(本文件)与康氏法(GB/T 268)测定的残炭的相关性可参考附录 A。

10 结果表示

以“残炭(微量法),测定结果”或“10%(体积分数)蒸余物的残炭(微量法),测定结果”的形式报告,并精确至 0.01%(质量分数)。

11 精密度

11.1 概述

本文件中的精密度依照 ISO 4259:1992 对一系列燃料的实验室间研究的测试结果进行统计分析获得,10%(体积分数)蒸余物的残炭精密度是对一系列燃料的实验室间研究的测试结果进行统计分析获得,实验室间研究中的燃料包括汽车柴油机燃料、汽油、含 10% 的脂肪酸甲酯燃料、含十六烷值改进剂的燃料以及船用燃料等。按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平下),由公式(2)和公式(4)

计算的重复性与再现性数据如图 3 所示。

11.2 重复性

由同一操作者,在同一实验室,使用同一台仪器,在相同条件下对同一试样采取正确的操作方法进行连续测定,得到的两个重复测试结果之差,不应超过式(2)计算的数值。

$$r = 0.077\ 0 \times X^{2/3} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——两个重复试验结果的算术平均值(质量分数),%。

对于使用 4 mL 样品管测定的 10%(体积分数)蒸余物的残炭(微量法)的重复性限值,按式(3)计算:

$$r = 0.143\ 0 \times X^{0.5} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X ——两个重复试验结果的算术平均值(质量分数),%。

11.3 再现性

不同操作者,在不同实验室,使用不同仪器,对同一试样采用正确的操作方法进行测定,得到的两个单一、独立的试验结果之差,不应超过式(4)的计算值。

$$R = 0.245\ 1 \times X^{2/3} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

X ——两个单一、独立的试验结果的平均值(质量分数),%。

对于使用 4 mL 样品管测定的 10%(体积分数)蒸余物的残炭(微量法)的再现性限值,按式(5)计算:

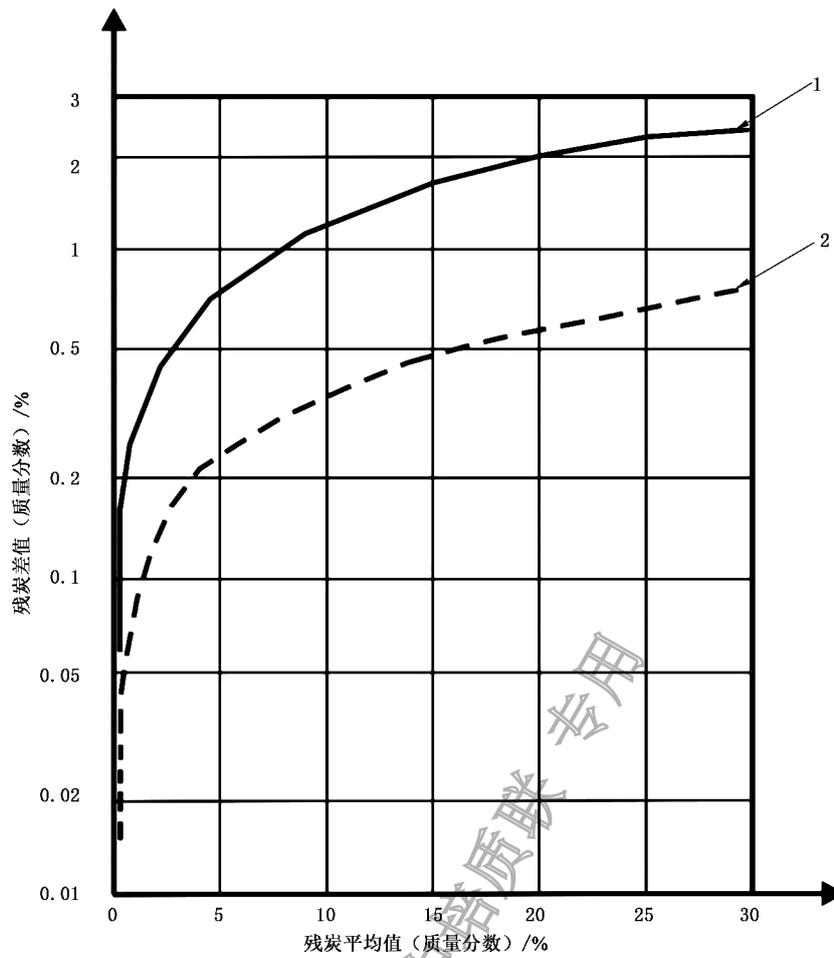
$$R = 0.212\ 5 \times X^{0.5} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

X ——两个单一、独立的试验结果的平均值(质量分数),%。

北京中培质联

购买单位: 北京中培质联
2021-1217-1023-3466-2419
防伪编号: 2021-1217-1023-3466-2419
订单号: 0100211217097205



标引序号说明：

- 1——公式(4)计算的再现性；
- 2——公式(2)计算的重复性。

图 3 微量法残炭精密度曲线图

12 试验报告

试验报告至少应包含以下信息：

- a) 测试产品的类型与具体规格描述；
- b) 所使用的标准(本文件编号)；
- c) 测试结果(见第 10 章)；
- d) 协商一致或任何与本文件所规定步骤的偏离；
- e) 测试日期。

附录 A

(资料性)

微量法残炭与康氏法残炭的相互关系

微量法残炭与康氏法残炭之间的相关性,如图 A.1 所示。

统计分析(如使用 t -检验和非参数分析)表明,考虑到精密度情况下,残炭(微量法)在 0.10%(质量分数)~25.0%(质量分数)范围内的测试结果与残炭(康氏法)的测试结果在统计意义上等效,并且残炭(微量法)的精密度更好。

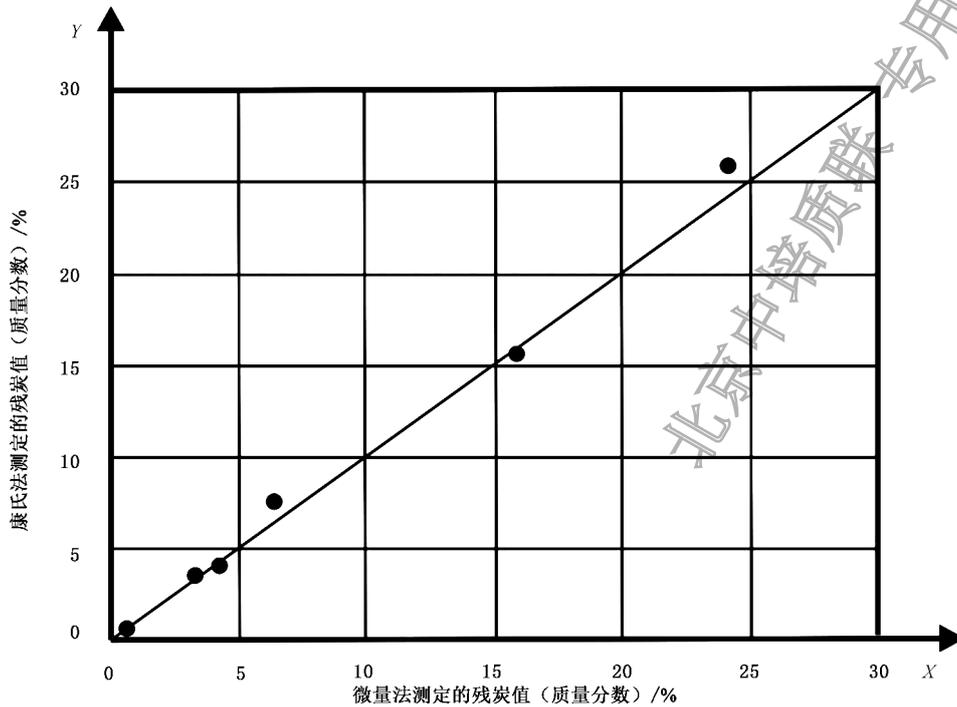


图 A.1 康氏法残炭与微量法残炭试验数据的相关性

参 考 文 献

- [1] GB/T 268 石油产品残炭测定法(康氏法)
 - [2] GB/T 508 石油产品灰分测定法
 - [3] SH/T 0559 柴油中硝酸烷基酯含量测定法(分光光度法)
 - [4] ISO 4259:1992 Petroleum products—Determination and application of precision data in relation to methods of test
-



GB/T 17144-2021



码上扫一扫 正版服务到

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-68793