

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2997—2011

石油产品灰分测定 微波灰化法

Determination of ash from petroleum products—
Microwave ashing method

2011-09-09 发布

2012-04-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局



中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
石油产品灰分测定 微波灰化法
SN/T 2997—2011

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2012年2月第一版 2012年2月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-22912 定价 14.00 元

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20001.4—2001 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：林振兴、王豪、邬蓓蕾、张海峰、叶佳楣、郭武、张其芳。

石油产品灰分测定 微波灰化法

1 范围

本标准规定了微波灰化法测定石油产品灰分的方法。

本标准适用于石油产品中灰分含量大于 0.001% 的测定。

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 4756 石油液体手工取样法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

SH/T 0229 固体和半固体石油产品取样法

3 方法提要

将试样在规定的温度下微波灰化,直到试样完全灰化后,得到样品残留物的质量。

4 试剂

除非另有说明,所用试剂为分析纯,所用水应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

4.1 异丙醇。

4.2 甲苯。

4.3 盐酸($\rho_{20}=1.19\text{ g/mL}$)。

4.4 盐酸溶液(1+4):把 1 体积的盐酸(4.3)缓慢加到 4 体积的水中配制而成。

5 仪器

5.1 微波灰化装置:能程序升温,并能控制在 $775\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $850\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。最好配有空气压缩机,以便让样品灰化时产生的气体快速排出。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.3 铂金皿:容量 90 mL~120 mL。

5.4 干燥器:不装干燥剂。

6 准备工作

6.1 试样制备

液体石油产品按 GB/T 4756 规定抽取代表性样品,对于黏稠的或含蜡的样品需在 $50\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 预加热,摇动均匀后进行取样。

固体石油产品按 SH/T 0229 规定抽取代表性样品,并制备成小于 0.15 mm 试样,在 110℃~115℃下烘干,放入干燥器中备用。

6.2 坩埚准备

将适量盐酸溶液(4.4)注入所用的铂金皿(5.3)内煮沸 5 min,用蒸馏水洗涤数遍。烘干后放入微波灰化装置(5.1)中,在与实际检测时一致的温度下煅烧 15 min,取出在空气中冷却 3 min 后,移入干燥器(5.4)中。冷却至室温后,进行称量,精确至 0.000 1 g。重复进行煅烧、冷却和称量,直至连续两次称量间的差值不大于 0.000 3 g 为止。

7 操作步骤

7.1 液体石油产品

称取试样 15 g(精确至 0.000 1 g)置于预先恒重的铂金皿(5.3)中,放入微波灰化装置中,参照附录表 A.1 设定微波灰化程序灰化。灰化结束后,将坩埚放在空气中冷却 3 min,然后在干燥器内冷却至室温后进行称量,称准至 0.000 1 g,再移入 775℃±25℃微波灰化装置中煅烧 30 min。重复进行煅烧、冷却及称量,直至连续两次称量间的差值不大于 0.000 3 g 为止。当试样含水较多时,灰化前加入 1 mL~2 mL 的异丙醇(4.1),如果灰化过程中还出现发泡溢出,加入 10 mL 等体积甲苯(4.2)和异丙醇(4.1)混合物并与试样充分混合,加热除水。

7.2 固体石油产品

称取试样 2 g(精确至 0.000 1 g)置于预先恒重的铂金皿(5.3)中,放入微波灰化装置中,参照附录表 A.2 设定微波灰化程序灰化。灰化结束后,将坩埚放在空气中冷却 3 min,然后在干燥器内冷却至室温后进行称量,称准至 0.000 1 g,再移入 850℃±25℃微波灰化装置中煅烧 30 min。重复进行煅烧、冷却及称量,直至连续两次称量间的差值不大于 0.000 3 g 为止。

8 结果计算

试样的灰分 X(%)按式(1)计算:

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X —— 试样的灰分,%(质量分数);
- m₂ —— 灰化后坩埚和残留物质量,单位为克(g);
- m₁ —— 灰化前坩埚的质量,单位为克(g);
- m —— 试样的质量,单位为克(g)。

进行两次平行测定,取其算术平均值,计算结果表示到小数点后三位。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性操作条件下,对同一样品进行重复测定所得两个结果之差不超出表 1 数值:

表 1 重复性数值要求

灰分/%	重复性/%
0.001~0.079	0.003
0.080~0.180	0.010
0.180 以上	0.020

9.2 再现性

在再现性条件下,对同一样品进行测定所得两个独立测试结果之差不超出表 2 数值:

表 2 再现性数值要求

灰分/%	再现性/%
0.001~0.079	0.005
0.080~0.180	0.024
0.180 以上	0.050

附录 A
(资料性附录)
微波灰化程序

表 A.1 液体石油产品微波灰化程序¹⁾

灰化程序	升温时间/min	目标温度/℃	保持时间/min	压缩空气流量/(m ³ /min)
1	10	100	10	0.37
2	15	230	25	0.37
3	20	355	15	0.37
4	20	425	10	0.37
5	25	550	10	0.37
6	30	775	60	0.37

表 A.2 固体石油产品的微波灰化程序

灰化程序	升温时间/min	目标温度/℃	保持时间/min	压缩空气流量/(m ³ /min)
1	15	550	10	0.37
2	15	850	120	0.37

1) 非商业性申明:附录 A 中所列微波灰化程序是在 CEM 型号 phoenix Airwave 微波灰化装置上完成的,此处所列试验用仪器型号仅是为了提供参考型号,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号仪器。

