

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4027—2014

石油沥青灰分的测定 微波灰化法

Determination of ash from petroleum bitumen—Microwave ashing method

2014-11-19 发布

2015-05-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 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。

本标准主要起草单位：中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：邬蓓蕾、叶佳楣、王豪、林振兴、陈铁杉、忻亮峰、陈委。

石油沥青灰分的测定 微波灰化法

1 范围

本标准规定了石油沥青灰分的微波灰化测定方法。

本标准适用于石油沥青灰分的测定。

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。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 11147 沥青取样法

3 方法提要

将试样在规定的温度下进行微波灰化,直到试样完全灰化后,通过测量残留物的质量计算得到试样的灰分。

4 试剂

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。

4.2 盐酸溶液(1+4)。

5 仪器

5.1 微波灰化炉:可程序升温,并能控制在 $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。应配有空气压缩机,可让样品灰化时产生的气体快速排出。

5.2 烘箱:可加热到 $135\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 分析天平:感量 0.1 mg 。

5.4 铂金坩埚:容量 $90\text{ mL} \sim 120\text{ mL}$ 。

5.5 干燥器:不装干燥剂。

5.6 电热板。

6 分析步骤

6.1 取样

按 GB/T 11147 规定的方法进行取样。

6.2 试样制备

在烘箱(5.2)中小心加热样品,充分搅拌以防局部过热,直到样品容易倾倒。加热温度不超过预计软化点 90℃,通常为 135℃。样品的加热时间在不影响样品性质和保证样品充分流动的基础上尽量短。

6.3 坩埚准备

将适量盐酸溶液(4.2)注入所用的铂金坩埚(5.4),放置在电热板(5.6)上煮沸 5 min,用蒸馏水洗涤数遍。烘干后放入微波灰化炉(5.1)中,在 900℃±25℃下灼烧 15 min,取出在空气中冷却 3 min 后,移入干燥器(5.5)中。冷却至室温后,进行称量,精确至 0.000 1 g。重复进行灼烧、冷却和称量,直至连续两次称量间的差值不大于 0.000 2 g 为止。

6.4 测定

称取试样 10.0 g(精确至 0.000 1 g)置于预先恒量的铂金坩埚(6.3)中,然后放入微波灰化炉中,参照附录 A 设定微波灰化参考程序并进行灰化。灰化结束后,将坩埚在空气中冷却 3 min 后,在干燥器内冷却至室温称量,称准至 0.000 1 g,再移入 900℃±25℃微波灰化装置中灼烧 30 min。重复进行灼烧、冷却及称量,直至连续两次称量间的差值不大于 0.000 2 g 为止。

7 结果计算

试样的灰分 x 按式(1)计算:

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

式中:

x ——灰分的质量分数, %;

m ——试样的质量,单位为克(g);

m_1 ——灰化前坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——灰化后坩埚和残留物质量,单位为克(g)。

取两次测定结果的算术平均值作为测定结果,结果保留至小数点后两位。

8 精密度

8.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值 r 不大于式(2)计算所得数值:

$$r = 0.42x^{0.64} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

x ——两次重复测定灰分含量的算术平均值。

8.2 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值 R 不大于式(3)计算所得数值:

$$R = 0.54x^{0.56} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

x ——两次独立测定灰分含量的算术平均值。

附 录 A
(资料性附录)
微波灰化参考程序

石油沥青微波灰化参考程序参见表 A.1。

表 A.1 石油沥青微波灰化参考程序

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	30	500	5	0.37
2	30	600	5	0.37
3	15	900	60	0.37
