ICS 75.080
E 30

中华人民共和国国家标准

GB/T 17144—1997
eqv ISO 10370:1993

石油产品残炭测定法（微量法）

Petroleum products—Determination of carbon residue—Micro method

1997-12-11发布　　1998-07-01实施

国家技术监督局　发布

前　言

本标准等效采用国际标准 ISO 10370:1993《石油产品残炭测定法(微量法)》。

本标准试验周期短,试验条件易控制,样品用量少(0.10 g～3.5 g),自动化程度高,可以同时测定12个样品(含参比样品)。

本标准与 ISO 10370:1993 方法的主要差异如下:

ISO 10370:1993 方法中,样品管采用钠钙玻璃,本标准样品管采用钠钙玻璃或硼硅玻璃。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由中国石油化工总公司石油化工科学研究院归口。

本标准起草单位:中国石油化工总公司洛阳石油化工工程公司炼制研究所。

本标准主要起草人:胜九梅、李韫珍、刘全泰。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是由各国标准化团体(ISO 成员)组成的世界性联合会。制定国际标准工作通常由 ISO 的技术委员会完成。对某个已经建立技术委员会的议题有兴趣的每一个成员团体,都有在该委员会表达意见的权利,与 ISO 保持联系的各国组织、政府机构和非政府机构也可以参加有关委员会工作。在电工技术标准化工作的所有方面,ISO 和国际电工委员会(IEC)保持着密切的合作关系。

由技术委员会采纳的国际标准草案提交各成员投票表决,至少取得 75%参加表决的成员同意后,才能作为国际标准发布。

国际标准 ISO 10370 是由 ISO/TC 28 石油产品和润滑剂技术委员会制定的。

本国际标准的附录 A 和附录 B 仅供参考。

中华人民共和国国家标准

石油产品残炭测定法
（微量法）

GB/T 17144—1997
eqv ISO 10370:1993

Petroleum products—Determination of carbon residue—Micro method

1 范围

1.1 本标准规定了用微量法测定石油产品残炭的方法。

1.2 本标准适用于石油产品。其测定残炭的范围是0.10%(*m*/*m*)～30.0%(*m*/*m*)。对残炭超过0.10%(*m*/*m*)的石油产品本标准测定结果与康氏残炭法(GB/T 268)测定结果等效。

1.3 本标准也适用于其残炭值低于0.10%(*m*/*m*)，由馏分油组成的石油产品。对于这种产品，首先用GB/T 6536方法制备10%(*V*/*V*)蒸馏残余物，然后再用本标准进行测定。

1.4 本标准涉及某些有危险性的材料、操作和设备，但是无意对与此有关的所有安全问题都提出建议。因此，用户在使用本标准之前应建立适当的安全和防护措施并确定有适用性的管理制度。

2 引用标准[1]

下列标准包括的条文，通过引用而构成为本标准的一部分。除非在标准中另有明确规定，下述引用标准都应是现行有效标准。

GB/T 268 石油产品残炭测定法(康氏法)

GB/T 508 石油产品灰分测定法

GB/T 6536 石油产品蒸馏测定法

SH/T 0559 柴油中硝酸烷基酯含量测定法(分光光度法)

3 定义

本标准采用下列定义。

残炭 carbon residue

按本标准所述的规定条件下，试样经蒸发和热解后所形成的残留物。

4 意义和用途[2]

4.1 各种石油产品的残炭值是用来估计该产品在相似的降解条件下，形成碳质型沉积物的大致趋势，以提供石油产品相对生焦倾向的指标。

采用说明：

1] ISO 10370:1993 附录B改编为本标准第2章引用标准。

2] ISO 10370:1993 第1章范围中第3段及注改编为本标准第4章意义和用途。

国家技术监督局1997-12-11批准　　1998-07-01实施

4.2 样品中按 GB/T 508 规定形成的灰分或存在于样品中的不挥发性添加剂将作为残炭增加到样品的残炭值中，并作为总残炭的一部分被包括在测定结果中。

4.3 在柴油中，有机硝酸酯的存在使柴油的残炭值偏高。柴油中硝酸烷基酯的存在按 SH/T 0559 测定。

5 方法概要

将已称重的试样放入一个样品管中，在惰性气体(氮气)气氛中，按规定的温度程序升温，将其加热到 500℃，在反应过程中生成的易挥发性物质由氮气带走，留下的碳质型残渣以占原样品的百分数报告微量残炭值。

6 材料

氮气：普通氮气纯度 98.5%以上，用双级调节器后提供压力为 0 kPa～200 kPa 的氮气。实际应用中最低气流压力为 140 kPa。

7 仪器

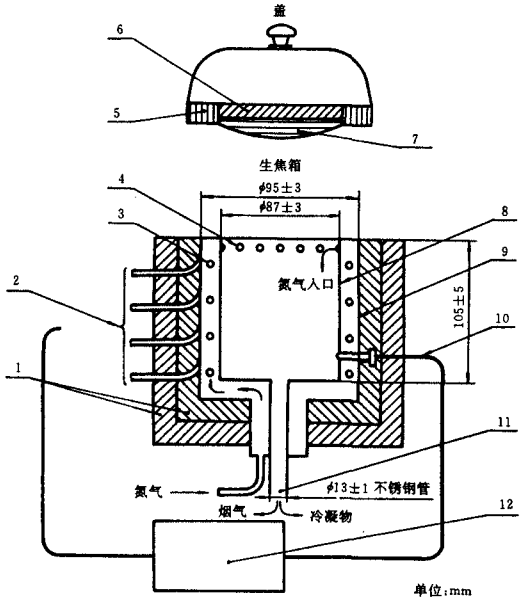
7.1 样品管：用钠钙玻璃或硼硅玻璃制成[1]，平底。容量 2 mL，外径 12 mm，高约 35 mm。测定残炭量低于 0.20%(m/m)的试样时，使用容量 4 mL，外径 12 mm，高约 72 mm，壁厚 1 mm 的样品管。

7.2 滴管或玻璃棒：供称量样品时取样用。

7.3 成焦箱：有一个圆形燃烧室，直径约 85 mm，深约 100 mm，能够以每分钟 10℃～40℃的加热速率将其加热到 500℃，还有一个内径为 13 mm 的排气孔，燃烧室内腔用预热的氮气吹扫(进气口靠近顶部，排气孔在底部中央)。在成焦箱燃烧室里放置一个热电偶或热敏元件，在靠近样品管壁但又不与样品管壁接触处进行探测。该燃烧室还带有一个可隔绝空气的顶盖。蒸气冷凝物绝大部分直接流入位于炉室底部可拆卸的收集器中，见图 1。

采用说明：

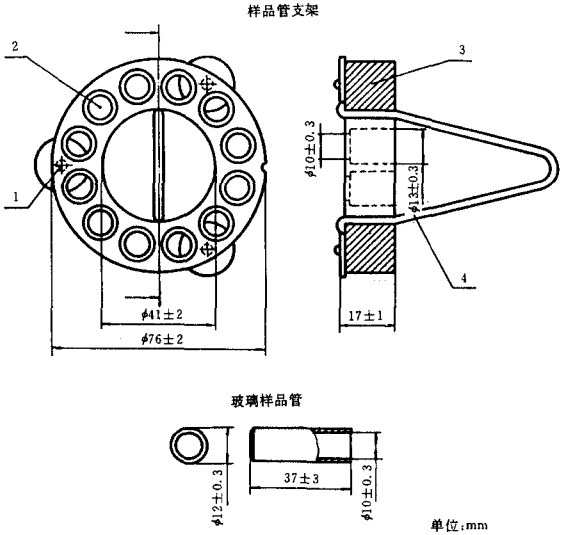
1] ISO 10370:1993 样品管采用钠钙玻璃，本标准样品管采用钠钙玻璃或硼硅玻璃。



1—绝缘材料(两层);2—圆形加热盘管,700 W 两组;3—加热盘管剖面;4—12 个直径为 1 mm 的进气口;5—陶瓷圆环;6—保温层;7—顶塞(0Cr18Ni9 不锈钢)球面;8—厚 1.6 mm 的内圆柱形壳体;9—厚 1.6 mm 的外圆柱形壳体;10—热电偶导线;11—不锈钢管;12—微信息处理机

图 1 生焦箱和盖

7.4 样品管支架:它是一个由金属铝制成的圆柱体,直径约 76mm,厚约 17 mm,柱体上均匀分布 12 个孔(放样品管)。每个孔深 13 mm,直径 13 mm,每孔均排在距周边约 3 mm 处,架上有 6 mm 长的支脚,用来在炉室中心定位。边上的小圆孔用来作为起始排列样品位置的标记。支架的形状见图 2。



1—小螺钉 3 个，用作支脚；2—均匀分布的 12 个孔；3—铝合金；4—不锈钢手柄

图 2 样品管和样品管支架

7.5 热电偶：铁-康铜，包括一个外部读数装置，范围 450℃～550℃。

7.6 分析天平：感量为 0.1 mg。

7.7 冷却器：干燥器或类似的密封容器。不加干燥剂。

8 样品准备

8.1 对于由馏分油组成的样品，可以按 8.2～10.4 的步骤进行测定，也可以按 8.1.1 和 8.1.2 规定的 GB/T 6536 修改的步骤制备 10%(*V*/*V*)蒸馏残余物。

8.1.1 按 GB/T 6536 制备 10%(*V*/*V*)蒸馏残余物，仪器的安装仍按 GB/T 6536 进行，但蒸馏烧瓶颈部的温度计可省略，只用一个密切配合的软木塞或硅橡胶塞子塞紧蒸馏烧瓶瓶口，使其安全牢固。

注：本试验步骤的关键是收集馏出物的体积，而不是馏出温度，所以可以不需要温度计。

8.1.2 当量筒中馏出物的体积为 89 mL 时，停止加热。当液体继续流入量筒恰好为 90 mL 时，移开量筒，换上一个小玻璃瓶，收集从冷凝管中流出的最后馏出物，并趁热与蒸馏烧瓶中的残余物合并。混合均匀，这种混合的残余物代表原样品的 10%(*V*/*V*)的残余物部分，用它代替按 8.2～10.4 所述的样品。

8.2 充分搅拌待测样品，对于粘稠的或含蜡的石油产品，应首先将其加热，降低样品的粘度。如果样品是液态状，可用小棒直接把样品滴到样品管底部。固态样品也可加热滴入或用液态氮冷冻，然后打碎，取一小块放入样品管底部。

9 样品的称量

9.1 在取样和称量过程中，用镊子夹取样品管，以减少称量误差。用过的样品管一般应废弃。

9.2 称量洁净的样品管，并记录其质量，称至 0.1 mg。

9.3 把适量质量的样品（见表 1）滴入或装入到已称重的样品管底部，避免样品沾壁，再称量，称至 0.1 mg，并记录下来。把装有试样的样品管放入样品管支架上（最多 12 个），根据指定的标号记录每个试样对应的位置。

注：每批试验样品可以包含一个参比样品。为了确定残炭的平均百分含量和标准偏差，此参比样品应是在同一台仪器上至少测试过 20 次的典型样品，以保证被测样品的准确性。

当参比样品的结果落在该试样平均残炭的百分数±3 倍标准偏差范围内时，则这批样品的试验结果认为可信。当参比样品的测试结果在上述极限范围以外时，则表明试验过程或仪器有问题，试验无效。

表 1 试样量

样品种类	预计残炭值，%(m/m)	试样量，g
黑色粘稠或固体	>5.0	0.15±0.05
褐色或黑色不透明流体	>1.0～5.0	0.50±0.10
透明或半透明物体	0.2～1.0 <0.2	1.50±0.50 1.50±0.50 或 3.00±0.50

10 试验步骤

10.1 在炉温低于 100℃时，把装满试样的样品管支架放入炉膛内，并盖好盖子，再以流速为 600 mL/min 的氮气流至少吹扫 10 min。然后把氮气流速降到 150 mL/min，并以 10℃/min～15℃/min 的加热速率将炉子加热到 500℃。

10.2 使加热炉在 500℃±2℃时恒温 15 min，然后自动关闭炉子电源，并让其在氮气流（600 mL/min）吹扫下自然冷却。当炉温降到低于 250℃时，把样品管支架取出，并将其放入干燥器中在天平室进一步冷却。

注 1：在样品管支架从炉中取出后关闭氮气。

如果样品管中试样起泡或溅出引起试样损失，则该试样应作废，试验重做。

注 2：试样飞溅的原因可能是由于试样含水所造成的。可先在减压状态下慢慢加热，随后再用氮气吹扫以赶走水分。另一种方法是减少试样量。

如果要做下一次试验，则打开炉盖，让其自然快速冷却。

注 3：当炉温冷却到低于 100℃时，可开始进行下一次试验。

注意：因为空气（氧气）的引入会随着挥发性焦化产物的形成产生一种爆炸性混合物，这样会不安全，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，只有当炉温降到低于 250℃时，方可打开炉盖。在样品管支架从炉中取出后，才可停止通氮气。生焦箱放在实验室的通风柜内，以便及时的排放烟气，也可将加热炉排气管接到实验室排气系统中排走烟气，注意管线不要造成负压。

10.3 用镊子夹取样品管，把样品管移到另一个干燥器中，让其冷却到室温，称量样品管，称至 0.1 mg，并记录下来。用过的样品管一般应废弃。

10.4 定期检查加热炉底部的废油收集瓶，必要时将其内容物倒掉后再放回。

注意：加热炉底部的废油收集瓶中的冷凝物，可能含有一些致癌物质，应该避免与其接触，并应该按照可行的方法对其进行掩埋掉或适当处理掉。

11 计算

原始试样或10%(*V*/*V*)蒸馏残余物的残炭 X,%(*m*/*m*),按式(1)计算:

$$X = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \cdots\cdots(1)$$

式中:m_1——空样品管的质量,g;

m_2——空样品管的质量加试样的质量,g;

m_3——空样品管的质量加残炭量,g。

12 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

12.1 重复性(r)

同一操作者对同一样品测得的两个结果之差不应超过式(2)计算的数值或图3中所示的重复性数值。

$$r = 0.0770\overline{X}^{2/3} \quad \cdots\cdots(2)$$

式中:$\overline{X}$——两次测定结果的算术平均值,%(*m*/*m*)。

12.2 再现性(R)

由两个实验室提供的对同一样品的两个独立结果之差不应超过式(3)计算的数值或图3中所示的再现性数值。

$$R = 0.2451\overline{X}^{2/3} \quad \cdots\cdots(3)$$

式中:$\overline{X}$——两次测定结果的算术平均值,%(*m*/*m*)。

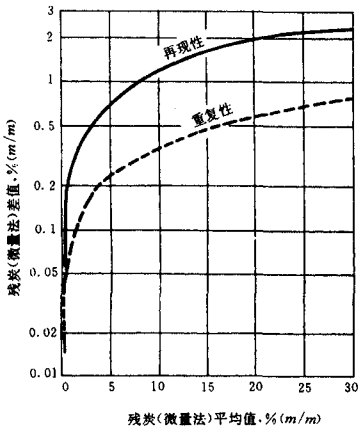


图3 残炭(微量法)精密度数据

13 报告

取重复测定两个结果的算术平均值,作为试样或10%(*V*/*V*)蒸馏残余物的残炭值,报告结果精确至0.01%(*m*/*m*)。

附 录 A
（提示的附录）
残炭（微量法）与残炭（康氏法）的相互关系

残炭（微量法）与残炭（康氏法）之间的相关性已得到，见图 A1。

就两种试验方法的精密度而言，它们之间没有差别。在统计学上，残炭（微量法）的试验结果在 0.10%(*m*/*m*)～25.0%(*m*/*m*)范围内与残炭（康氏法）等效，而残炭（微量法）的精密度较好。

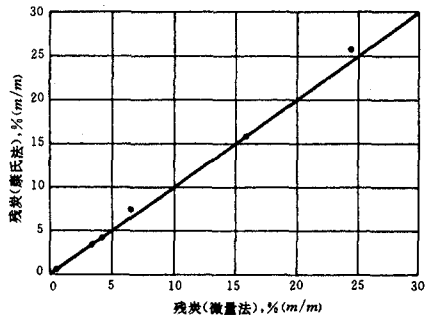


图 A1 残炭（康氏法）与残炭（微量法）试验数据的相关性