

石油产品灰分测定法

Petroleum products—Determination of ash

代替 GB 508—65

本方法适用于测定石油产品的灰分。

本方法不适用于含有生灰添加剂（包括某些含磷化合物的添加剂）的石油产品，也不适用于含铅的润滑油和用过的发动机曲轴箱油。

本标准参照采用国际标准ISO 6245—1982《石油产品灰分测定法》。

1 方法概要

用无灰滤纸作引火芯，点燃放在一个适当容器中的试样，使其燃烧到只剩下灰分和残留的碳。碳质残留物再在775℃高温炉中加热转化成灰分，然后冷却并称重。

2 仪器与材料

2.1 仪器

2.1.1 瓷坩埚或瓷蒸发皿：50毫升和90~120毫升。

注：瓷坩埚或瓷蒸发皿可以使用至其里面的釉质损坏为止。

2.1.2 电热板或电炉。

2.1.3 高温炉：能加热到恒定于 $775 \pm 25^\circ\text{C}$ ，用温度调节器调节炉中温度（高温炉温度的测量，可用热电偶和刻度为 1000°C 的毫伏计进行）。热电偶最好放在炉后壁的孔中，热焊头置于炉膛的中心处。

2.1.4 干燥器：不装干燥剂。

2.2 材料

定量滤纸：直径9厘米。

3 试剂

盐酸：化学纯，配成1:4的水溶液。

4 准备工作

4.1 将稀盐酸（1:4）注入所用的瓷坩埚（或瓷蒸发皿）内煮沸几分钟，用蒸馏水洗涤。烘干后放在高温炉中在 $775 \pm 25^\circ\text{C}$ 温度下煅烧至少10分钟，取出在空气中冷却3分钟，移入干燥器中。冷却至室温后^注，进行称量，称准至0.0001克。

重复进行煅烧、冷却及称量，直至连续两次称量间的差数不大于0.0005克为止。

注：一个干燥器中放一对坩埚为宜。放一对50毫升的坩埚，一般冷却30~45分钟可达到室温；放一对100毫升的坩埚，一般冷却45分钟到1小时可达到室温。坩埚一经冷却就应进行称量，坩埚在干燥器内停留多长时间，则其后的所有称量都应当让其在干燥器内停留同样长的时间以后才进行。

4.2 取样前将瓶中试样（其量不得多于该瓶容积的3/4）剧烈摇动均匀，要确保所取试样有真正的代表性。对粘稠的或含蜡的试样需预先加热至 $50 \sim 60^\circ\text{C}$ ，再摇动均匀后进行取样。

5 试验步骤

5.1 将已恒重的坩埚称准至0.01克，并以同样的准确度称入试样。所取试样量的多少依试样灰分含量的大小而定，以所取试样能足以生成20毫克的灰分为限，但最多不要超过100克。如果试样较多，

一个坩埚盛不下时,需分两次燃烧试样,这时可用一个合适的试样容器,从其最初重量与最后重量之差来求得试样用量。

注: 根据情况,一般可取25克试样装在50毫升的坩埚内进行试验,但对试验结果有争议时,应按上述的试样量进行试验。

5.2 用一张定量滤纸叠成两折,卷成圆锥状,用剪刀把距尖端5~10毫米之顶端部分剪去,放入坩埚内。把卷成圆锥状的滤纸(引火芯)安稳地立插在坩埚内的油中,将大部分试样表面盖住。

5.3 测定含水的试样时,将装有试样和引火芯的坩埚放置电热板上,缓慢加热,使其不溅出,让水慢慢蒸发,直到浸透试样的滤纸可以燃着为止。

引火芯浸透试样后,点火燃烧。试样的燃烧应进行到获得干性碳化残渣时为止。燃烧时,火焰高度维持在10厘米左右。

对粘稠的或含蜡的试样,一边燃烧一边在电炉上加热。燃烧开始后,调整加热,使试样不至溅出,亦不从坩埚边缘溢出。

5.4 试样燃烧之后,将盛有残渣的坩埚移入加热到 $775 \pm 25^\circ\text{C}$ 的高温炉中(应注意防止突然爆燃、冲出。可能时,可把坩埚先移入炉中,或于温度较低时移入炉中,其后才升至 $775 \pm 25^\circ\text{C}$),在此温度下加热,直到残渣完全成为灰烬(一般保持1.5~2.1小时)。

5.5 残渣成灰后,将坩埚放在空气中冷却3分钟,然后在干燥器内冷却至室温后进行称量,称准至0.0001克。再移入高温炉中煅烧20~30分钟。重复进行煅烧、冷却及称量,直至连续两次称量间的差数不大于0.0005克为止。

6 计算

试样的灰分 X (%)按下式计算:

$$X = \frac{G_1}{G} \times 100$$

式中: G_1 ——灰分的重量,克;

G ——试样的重量,克。

7 精密度

用下列数值来判断结果的可靠性(95%置信水平)。

7.1 重复性

同一操作者测得的两个结果之差不应超过以下数值:

灰分, %	重复性
0.001以下	0.002
0.001~0.079	0.003
0.080~0.180	0.007
0.180以上	0.01

7.2 再现性

由两个实验室提供的两个结果之差,不应超过以下数值:

灰分, %	再现性
0.001以下	未定
0.001~0.079	0.005
0.080~0.180	0.024
0.180以上	未定

8 报告

取重复测定两个结果的算术平均值，作为试样的灰分。

附加说明：

本标准由中国石油化工总公司提出，由石油化工科学研究院归口。

本标准由石油化工科学研究院起草。

本标准主要起草人李紫峰。