

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 0266—92

石油沥青质含量测定法

(1998年确认)

代替 SY 2631—85

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定石油沥青质的方法。

本标准适用于柴油、燃料油、润滑油、沥青和除去 260℃ 之前低沸点馏分的原油。含添加剂的油品可能给出错误的结果。

2 引用标准

GB/T 2538 原油试验法

3 方法概要

将试样溶于正庚烷中，由沥青质和蜡状物组成的不溶物质经慢速滤纸过滤而被分离。用正庚烷在热回流下抽提出蜡状物，再用甲苯分离出沥青质。

4 仪器与材料

4.1 仪器

4.1.1 水浴或闭式电炉。

4.1.2 抽提仪器：由一个球形冷凝器，一个如图 1 所示的抽提器和两个 500mL 烧瓶组成。

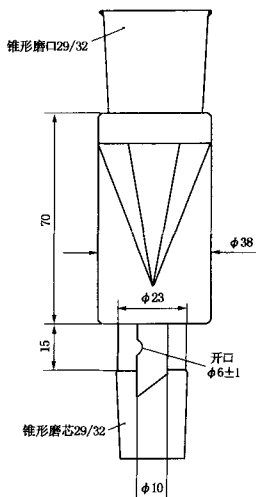


图 1 抽提器

- 4.1.3 恒温箱：恒温 100~110℃。
 4.1.4 蒸发皿：由玻璃制成，直径约 90mm。
 4.1.5 干燥器：内放干燥剂。
 4.1.6 短颈漏斗。

4.2 材料

定量滤纸：直径为 11.0~12.5cm，慢速。

5 试剂

- 5.1 硫酸：化学纯，其密度为 1.84g/mL。
 5.2 正庚烷：分析纯。
 5.3 丙酮：分析纯。
 5.4 甲苯：分析纯。
 5.5 重铬酸钾：化学纯

6 准备工作

6.1 铬酸洗液的配制

1L 硫酸中溶解 50g 重铬酸钾，保存在具有磨口玻璃塞的瓶内。

6.2 所有玻璃仪器必须洗净后才能使用。蒸发皿要放在硫酸或铬酸洗液里浸泡 12h，然后用蒸馏水和丙酮漂洗干净。将蒸发皿放入 100~110℃恒温箱内干燥 1h，再放入干燥器内冷却 0.5h，然后称精确至 0.0002g，称重时用同样皿配重。

6.3 硬沥青试样在测定前磨成粉末状。

6.4 原油试样在测定前切去 260℃之前的馏分(按 GB/T 2538 中的原油馏程测定方法进行)。

7 试验步骤

7.1 在磨口蒸馏瓶内称取试样 8~10g，称精确至 0.01g，若沥青质含量大于 0.25% 时，适当减少试样，每克试样加入 30mL 正庚烷，若沥青质含量大于 25% 时，则每克试样加入 50mL 正庚烷。用回流冷凝器使之煮沸，取下蒸馏瓶，盖好塞子，放入暗箱里在室温下静置 1.5~2.5h。

7.2 将滤纸叠成圆形(见图 2)，放入玻璃漏斗，在不搅动情况下，将溶液倒入滤纸过滤。连续几次用少量热的正庚烷将蒸馏瓶中残留物尽可能完全地转移到滤纸上，必要时可使用玻璃棒，最后再用热正庚烷冲洗蒸馏瓶内壁，洗涤液全部通过滤纸过滤，蒸馏瓶放在一边备用。

7.3 从漏斗上取下滤纸，放到抽提器中，使用另一个蒸馏瓶用 50mL 正庚烷回流抽提，控制正庚烷从冷凝器末端滴下的速度为每秒 2~4 滴，抽提时间不少于 1h，直至从抽提器底部取出的几滴正庚烷在滤纸上蒸发后不留残渣为止。

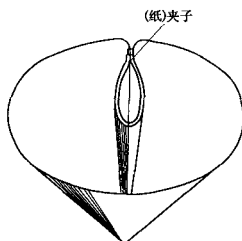


图 2 折叠后的圆形滤纸

- 7.4 换上原来用过的蒸馏瓶,加入 30~60mL 甲苯,继续回流直至全部沥青质从纸上溶解下来为止。
- 7.5 将蒸馏瓶内溶液转移到称过重的蒸发皿中,再用总量不超过 30mL 的温热甲苯分数次冲洗蒸馏瓶,洗涤液亦收集于蒸发皿中。在通风橱内用沸水浴蒸出甲苯。蒸发皿和沥青质放在 100~110℃ 烘箱中加热干燥 1h,再在干燥器中冷却 0.5h 后称重。称重时使用上一次用过的皿作配衡体,此皿应和盛沥青质的皿经过同样的加热和冷却步骤。

8 计算

试样的沥青质含量 X [% (m/m)] 按下式计算:

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100$$

式中: m_2 ——带有沥青质的皿的质量, g;

m_1 ——空皿的质量, g;

m ——试样的质量, g。

9 精密度

按下列规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

- 9.1 重复性:同一实验室重复测定两个结果之差,不应超过下表数值。
- 9.2 再现性:不同实验室之间测定的两个结果之差,不应超过下表数值。

精密度表

% (m/m)

| 沥青质含量 | 重复性算术平均值的 % | 再现性算术平均值的 % |
|-------------|-------------|-------------|
| < 0.05 | — | — |
| 0.05 ~ 0.5 | 30 | 30 |
| > 0.5 ~ 2.0 | 15 | 20 |
| > 2 | 10 | 15 |

10 报告

- 10.1 取重复测定两个结果的算术平均值作为试验结果,报告至小数后两位。
- 10.2 沥青质含量在 0.05% (m/m) 以下时,报告为小于 0.05% (m/m)。

附加说明:

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由独山子炼油厂负责起草。

本标准主要起草人沈明尧。

本标准参照采用联邦德国国家标准 DIN 51595(78)《沥青质含量测定法(正庚烷测定法)》和英国石油学会标准 IP 143/78《正庚烷沉淀法测定沥青质》。