

中华人民共和国石油化工行业标准

NB/SH/T 0509—2010
代替 SH/T 0509—1992

石油沥青四组分测定法

Test method for separation of asphalt into four fractions



2010-05-01 发布

2010-10-01 实施

国家能源局 发布

前 言

本标准非等效采用 JPI - 5S - 22 - 83 (1998 确认), 对 SH/T 0509—92 进行修订。

本标准与 SH/T 0509—92 的主要差异如下:

——本标准名称修改为《石油沥青四组分测定法》;

——本标准增加了规范性引用文件一章;

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油沥青分技术委员会归口。

本标准起草单位: 中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院。

本标准主要起草人: 王翠红、罗爱兰、王子军。

标准历次颁布情况:

——SH/T 0509—1992 (1998)。

石油沥青四组分测定法

1 范围

- 1.1 本标准规定了石油沥青四组分(饱和分、芳香分、胶质、沥青质)的测定方法。
- 1.2 本标准适用于石油沥青,渣油可以参照使用。
- 1.3 本标准未涉及有关使用的安全规定,标准使用者有责任在使用前制定合适的安全应用规程。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 514 石油产品试验用液体温度计技术条件

GB/T 11147 沥青取样法

SH/T 0652 石油沥青名词术语

3 方法概要

将试样用正庚烷沉淀出沥青质,过滤后,用正庚烷回流除去沉淀中夹杂的可溶分,再用甲苯回流溶解沉淀,得到沥青质。将脱沥青质部分吸附于氧化铝色谱柱上,依次用正庚烷(或石油醚)、甲苯、甲苯-乙醇展开洗出,对应得到饱和分、芳香分、胶质。

4 仪器、试剂与材料

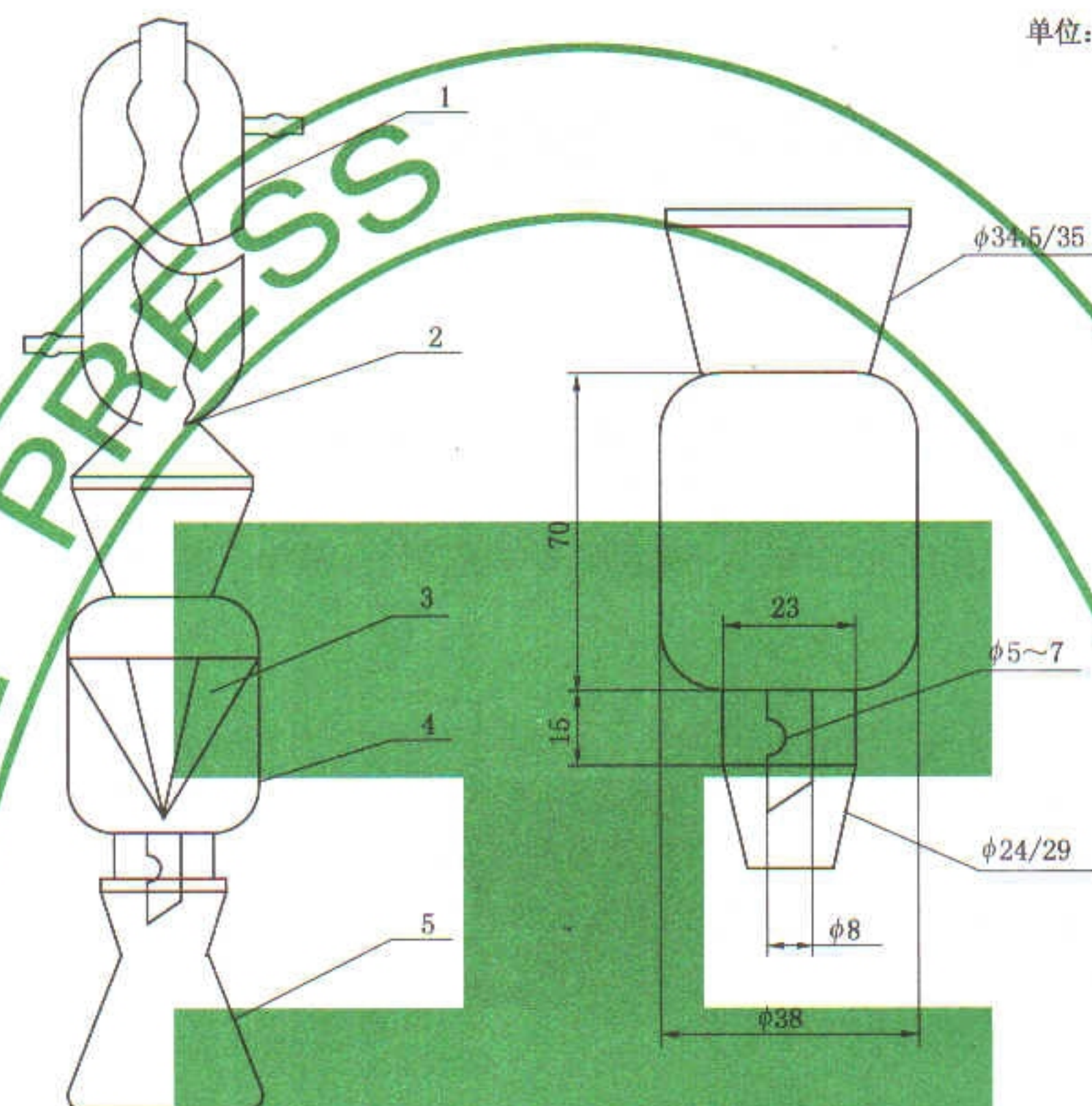
4.1 仪器

- 4.1.1 沥青质测定器:见图1,包括磨口三角瓶,抽提器及冷凝器。
- 4.1.2 电热套。
- 4.1.3 玻璃短颈漏斗: $\phi 75\text{mm} \sim 90\text{mm}$ 。
- 4.1.4 漏斗架。
- 4.1.5 玻璃吸附柱:见图2。外面带夹套,热水循环保温。
- 4.1.6 超级恒温水浴。
- 4.1.7 马福炉: $0^{\circ}\text{C} \sim 800^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.1.8 真空烘箱:可使温度保持在 $105^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$,真空度保持在 $93\text{kPa} \pm 1\text{kPa}$ ($700\text{mmHg} \pm 10\text{mmHg}$)。
- 4.1.9 磨口三角瓶:24号磨口, $150\text{mL} \sim 250\text{mL}$ 。
- 4.1.10 干燥器:带活塞,容积 3000mL ,无干燥剂;容积为 $3000\text{mL} \sim 5000\text{mL}$,有干燥剂。
- 4.1.11 分析天平:称准至 0.0001g 。
- 4.1.12 量筒: 20mL , 50mL , 100mL 。

4.2 试剂与材料

- 4.2.1 正庚烷:分析纯,脱芳(硫酸甲醛试验合格)。
- 4.2.2 石油醚:分析纯, $60^{\circ}\text{C} \sim 90^{\circ}\text{C}$,脱芳(硫酸甲醛试验合格)。
- 4.2.3 甲苯:化学纯。
- 4.2.4 95%乙醇:化学纯。

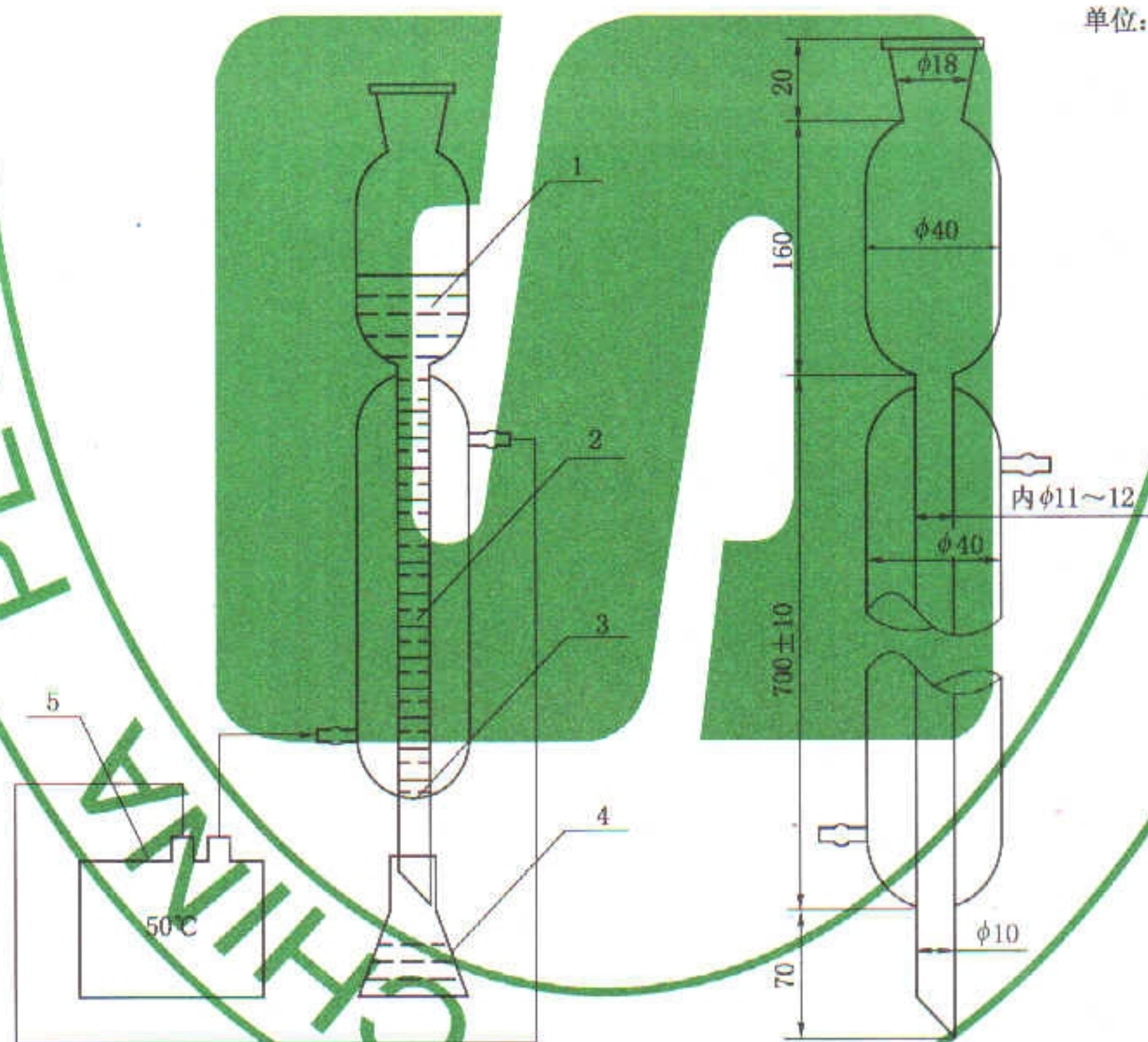
单位: mm



1——冷凝器；2——四个爪；3——滤纸；4——抽提器；5——磨口三角瓶。

图1 沥青质测定器及抽提器尺寸

单位: mm



1——溶剂；2——活性氧化铝；3——棉花；4——接受瓶；5——超级恒温水浴。

图2 吸附柱尺寸及吸附装置图

4.2.5 氧化铝：中性，层析用，100 目 ~ 200 目，比表面积 $> 150\text{m}^2/\text{g}$ ，孔体积 $0.23\text{cm}^3/\text{g} \sim 0.27\text{cm}^3/\text{g}$ ，使用前须活化。

4.2.6 定量滤纸：中速， $\phi 11.0\text{cm} \sim 12.5\text{cm}$ 。

5 试验准备

5.1 氧化铝活化

将氧化铝放在瓷蒸发皿内，在马福炉中于 500°C 下活化 6h；取出后立即放入带活塞无干燥剂的干燥器中，冷至室温。装入带塞且已称量过的细口瓶中，按氧化铝净重加入 1% 的蒸馏水，盖紧塞子，剧烈摇动 5min，放置 24h 后备用，有效期为 1 周。活化后未用完的氧化铝可以重新活化处理后使用。

5.2 安全措施

本方法所用溶剂均易燃，且多数有一定程度的毒性，应注意安全防火，试验应在通风橱内进行。

6 试验步骤

6.1 分析流程

分析流程见图 3。对于沥青质含量大于 10% 的样品，用正庚烷沉淀法分离出沥青质，将可溶分用冲洗色谱法测定其余三个组分；对于沥青质含量小于 10% 的样品，可称取两份试样，一份测定沥青质，另一份直接测定饱和分和芳香分，胶质由减差法得到。

6.2 沥青质含量的测定

6.2.1 在已恒重过的磨口三角瓶中，称取试样 $1\text{g} \pm 0.1\text{g}$ （对沥青质含量低于 10% 的样品），或 $0.5\text{g} \pm 0.01\text{g}$ （对沥青质含量高于 10% 的样品），称准至 0.0001g ，按每克试样 50mL 的比例加入正庚烷。

6.2.2 将装有试样及正庚烷的磨口三角瓶瓶 1，与冷凝器相连。对于沥青质含量低于 10% 的样品，加热回流 0.5h（对沥青质含量高于 10% 的样品，回流时间可延长至 1h），控制冷凝溶剂回流速度以滴状进行而非线状进行，待溶液冷却后，取下瓶 1，盖好瓶塞，在暗处静置沉降 1h。

6.2.3 在不产生摇动的条件下，尽可能地将上部清液慢慢地倒入装有定量滤纸的漏斗中，最后将剩余的少量溶液和沉淀摇动并倒入滤纸，注意勿使溶液升至滤纸的上缘。瓶 1 中的残留物用 $60^\circ\text{C} \sim 70^\circ\text{C}$ 的热正庚烷 30mL 分多次洗涤，洗涤液亦倒入滤纸中，全部滤液收集于瓶 2 中。瓶 1 不必洗涤，留待 6.2.5 使用。

6.2.4 折叠带有沉淀的滤纸，放入抽提器中，将瓶 2 与抽提器、冷凝器按图 1 组装好，加热回流 1h 或至下滴液无色，回流完毕，稍冷却，取下瓶 2 后按 6.3.1 进行。

6.2.5 往瓶 1 中加 60mL 甲苯，装上 6.2.4 中的抽提器、冷却器，回流至少 1h 或抽提至液滴无色。

6.2.6 冷却后取下瓶 1，蒸出甲苯后，放入真空烘箱中，在温度为 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 、真空度为 $93\text{kPa} \pm 1\text{kPa}$ ($700\text{ mmHg} \pm 10\text{mmHg}$) 的条件下，保持 1h，取出后在装有干燥剂的干燥器中冷却至室温，称量得到的沥青质质量为 m_1 ，称准至 0.0001g 。

6.3 饱和分、芳香分、胶质（或胶质加沥青质）含量的测定

6.3.1 对于沥青质含量大于 10% 的样品，回收瓶 2 中的大部分正庚烷，使溶液浓缩至约 10mL 作为冲洗色谱的进样，按照 6.3.2 ~ 6.3.6 步骤进行。对沥青质含量低于 10% 的样品，直接称取 $0.5\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 试样，称准至 0.0001g ，加 10mL 正庚烷溶解稀释。

6.3.2 按图 2 将吸附柱与超级恒温水浴连接，保持循环水温为 $50^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 。

6.3.3 在洗净干燥的吸附柱下端塞少许脱脂棉，从上端加入 40g 备用的氧化铝，同时用包有橡皮的细棒，轻轻敲打柱子，使氧化铝紧密、均匀，然后立即加入 30mL 正庚烷预湿吸附柱。

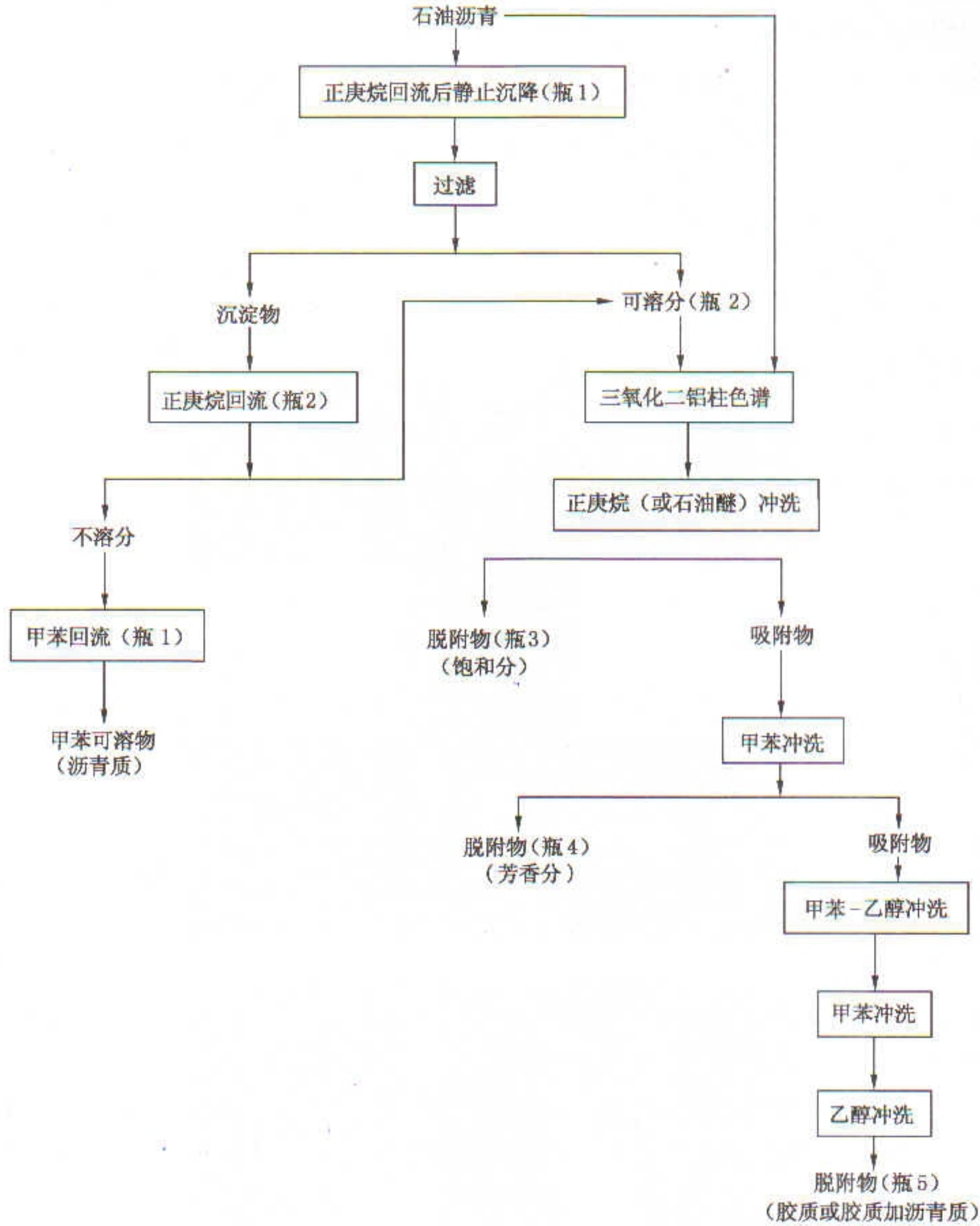


图3 沥青四组分分析流程图

- 6.3.4 待预湿正庚烷全部进入氧化铝吸附剂顶层时，立即加入 6.3.1 的浓缩溶液(或溶解稀释的试样)，取 10mL 正庚烷(为冲洗饱和分 80mL 正庚烷的一部分)分多次将三角瓶中的残留物洗至柱中，柱下放一量筒，接受首先流出的正庚烷，当全部试样进入氧化铝顶层时，即刻再加少许备用氧化铝覆盖。
- 6.3.5 依次加入表 1 中的溶剂进行冲洗，可用二联球加压调节流速(但为保证充分吸附，开始速度不宜太快，一般只在接取芳香分后加压调节)，整个过程流速维持在 2mL/min ~ 3mL/min。最初流出 20mL 为纯正庚烷，可作为表 1 中 80mL 正庚烷的一部分循环使用，以后用已恒重过的磨口三角瓶作接受瓶，待试剂全部进入氧化铝吸附剂顶层时更换冲洗剂，同时更换接受瓶(用甲苯-乙醇脱附的组分可接于同一瓶 5 中)，按顺序记录瓶号。
- 6.3.6 将收集的各组分回收溶剂后，放入真空烘箱，在温度为 105℃ ~ 110℃、真空度为 93kPa ± 1kPa(700mmHg ± 10mmHg)的条件下保持 1h，取出后，在装有干燥剂的干燥器中冷却至室温，称量，称准至 0.0001g，分别得到饱和分 m_2 、芳香分 m_3 、胶质 m_4 (或胶质加沥青质 m_5)的质量，由于少量甲苯不溶物未计量，还有少量胶质(或胶质加沥青质)不能完全脱附，因此总收率一般为 90% ~ 97%，胶质(或胶质加沥青质)含量可由减差法计算。

表 1 冲洗溶剂及流出组分

瓶 号	冲洗剂	加入量/mL	流出组分	组分颜色
3	正庚烷 ^a	80	饱和分	无 色
4	甲 苯	80	芳香分	黄 ~ 深棕色
5	甲苯 - 乙醇 (1:1 体积比)	40	胶质或胶质加沥青质	深褐 ~ 黑色
	甲 苯	40		
	乙 醇	40		

^a可用脱芳烃石油醚代替正庚烷作饱和分的冲洗剂，但仲裁试验必须使用正庚烷。

7 计算

7.1 试样的沥青质含量 X_{AT} 按式(1)计算:

$$X_{AT} = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——试样中沥青质的质量, g;
 m ——沥青试样的质量, g。

7.2 试样的饱和分含量 X_S 按式(2)计算:

$$X_S = \frac{m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_2 ——试样中饱和分的质量, g。

7.3 试样的芳香分含量 X_A 按式(3)计算:

$$X_A = \frac{m_3}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_3 ——试样中芳香分的质量, g。

7.4 试样的胶质含量有两种测定方式:

7.4.1 减差法 胶质质量分数 X_R 按式(4)计算:

$$X_R = 100 - X_S - X_A - X_{AT} \dots\dots\dots (4)$$

7.4.2 冲洗法 胶质含量 X_R 按式(5)或式(6)计算:

当试样的沥青质含量 > 10% 时按式(5)计算:

$$X_R = \frac{m_4}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_4 ——试样中胶质的质量, g。

当试样的沥青质含量 < 10% 时按式(6)计算:

$$X_R = [(m_5 - m_1)/m] \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_5 ——试样中胶质加沥青质的质量, g。

8 报告

单个试样重复测定两个试验结果的算术平均值作为报告值, 对于胶质需注明测定方式。

9 精密度

用下述规定判断测定结果的可靠性(95%的置信水平)。

9.1 重复性

同一操作者,用同一台仪器对同一试样重复测定两个结果之差,不应超过表2的数值。

9.2 再现性

不同操作者,在不同实验室,对同一试样测定两个结果之差,不应超过表2的数值。

表2 方法精密度

	测定范围	重复性/%	再现性/%
饱和分	12 ~ 27	1.2	4.0
芳香分	21 ~ 47	1.6	2.4
胶质	31 ~ 55	1.6	4.3
沥青质	< 10	0.5	1.2
	> 10	1.6	2.4

10 关键词

饱和分; 芳香分; 胶质; 沥青质。