



中华人民共和国国家标准

GB/T 2559—2005

代替 GB/T 2559~2564—1981, GB/T 3812~3816—1983

褐煤蜡测定方法

Analysis of lignite wax

2005-09-28 发布

2006-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 褐煤蜡样的采取和制备	1
4 褐煤蜡熔点的测定方法	2
5 褐煤蜡滴点的测定方法	3
5.1 方法要点	3
5.2 仪器和材料	3
5.3 测定步骤	4
5.4 方法精密度	4
6 褐煤蜡中溶于丙酮物质(树脂物质)的测定方法	4
6.1 方法要点	4
6.2 仪器和试剂	4
6.3 0.1 mm 褐煤蜡样的制备	5
6.4 测定步骤	5
6.5 结果计算	5
6.6 方法精密度	5
7 褐煤蜡中苯不溶物的测定方法	6
7.1 方法要点	6
7.2 仪器和试剂	6
7.3 测定步骤	6
7.4 结果计算	7
7.5 方法精密度	7
8 褐煤蜡灰分的测定方法	7
8.1 方法要点	7
8.2 仪器和设备	7
8.3 测定步骤	7
8.4 结果计算	8
8.5 方法精密度	8
9 褐煤蜡酸值和皂化值的测定方法	8
9.1 方法要点	8
9.2 仪器和试剂	8
9.3 酸值测定步骤	10
9.4 皂化值测定步骤	10
9.5 结果计算	10
9.6 方法精密度	10
10 褐煤蜡密度的测定方法	11
10.1 方法要点	11

10.2	仪器、材料和试剂·····	11
10.3	测定步骤·····	11
10.4	结果计算·····	12
10.5	方法精密度·····	12
11	褐煤蜡黏度测定方法·····	12
11.1	方法要点·····	12
11.2	仪器、材料和试剂·····	12
11.3	仪器准备·····	14
11.4	试样准备·····	14
11.5	测定步骤·····	14
11.6	结果计算·····	14
11.7	方法精密度·····	15
12	褐煤蜡加热损失量的测定方法·····	15
12.1	方法要点·····	15
12.2	仪器·····	15
12.3	测定步骤·····	15
12.4	结果计算·····	15
12.5	方法精密度·····	16
13	褐煤蜡中地沥青含量的测定方法·····	16
13.1	定义·····	16
13.2	方法要点·····	16
13.3	仪器、材料和试剂·····	16
13.4	测定步骤·····	17
13.5	结果计算·····	17
13.6	方法精密度·····	18

前 言

本标准代替以下 11 项标准:GB/T 2559—1981《褐煤蜡熔点测定方法》、GB/T 2560—1981《褐煤蜡滴点测定方法》、GB/T 2561—1981《褐煤蜡中溶于丙酮物质(树脂物质)测定方法》、GB/T 2562—1981《褐煤蜡中苯不溶物测定方法》、GB/T 2563—1981《褐煤蜡灰分测定方法》、GB/T 2564—1981《褐煤蜡酸值和皂化值测定方法》、GB/T 3812—1983《褐煤蜡试样的采取和缩制方法》、GB/T 3813—1983《褐煤蜡密度测定方法》、GB/T 3814—1983《褐煤蜡黏度测定方法》、GB/T 3815—1983《褐煤蜡加热损失量测定方法》、GB/T 3816—1983《褐煤蜡中地沥青含量测定方法》。

本标准与 GB/T 2559—1981 等 11 个标准相比,主要变化如下:

- 《褐煤蜡试样的采取和缩制方法》(GB/T 3812):修改了原标准的名称,增加了采制样工具(本标准 3.1)、采样基本原则(本标准 3.2.1)和小于 1 mm 褐煤蜡样的制备方法(本标准 3.3.3);
- 《褐煤蜡熔点测定方法》(GB/T 2559):对原标准中的图和有关名称做了修改(原标准一中 1. (1);本标准 4.2.1),增加了褐煤蜡样的称样粒度(本标准 4.3.1);
- 《褐煤蜡滴点测定方法》(GB/T 2560):对原标准中的仪器和材料做了修改(原标准一中 1 和 2;本标准 5.2),增加了褐煤蜡样的称样粒度(本标准 5.3.1);
- 《褐煤蜡中溶于丙酮物质(树脂物质)测定方法》(GB/T 2561):改正了原标准计算公式中有误的地方(原标准三中 9;本标准 6.5.1),增加了小于 0.1 mm 褐煤蜡样的制备方法(本标准 6.3);
- 《褐煤蜡中苯不溶物测定方法》(GB/T 2562):对原标准中的图和有关名称做了修改(原标准一中 1. (1);本标准 7.2.1),删去了原标准中的附录,将其中实质性的内容移至正文中有关章节中(本标准 7.2.1.3);
- 《褐煤蜡灰分测定方法》(GB/T 2563):将原标准中“高温炉”改为“马弗炉”(原标准一中 1. (3);本标准 8.2.3),并修改了马弗炉的温控精度(原标准中二中 2;本标准 8.3.1),增加了在低温炭化时如发生着火试验作废的规定(本标准 8.3.3);
- 《褐煤蜡酸值和皂化值测定方法》(GB/T 2564):将原标准中的仪器做了修改(原标准一中 1;本标准 9.2),对原标准中部分试剂的引用标准进行了修改(原标准一中 2;本标准 9.2),删除了原标准中的附录,将其中实质性的内容移至正文有关章节中(本标准 9.2.16 和 9.2.17),改正了计算公式中有误的地方(原标准中四中 8 和 9;本标准 9.5.1 和 9.5.2);
- 《褐煤蜡密度测定方法》(GB/T 3813):对原标准中的仪器、材料和试剂做了修改(原标准中 1;本标准 10.2),增加了褐煤蜡样的称样粒度(本标准 10.3.3);
- 《褐煤蜡黏度测定方法》(GB/T 3814):对原标准中的仪器、材料和测定步骤做了修改(原标准中 1 和 3,本标准 11.2 和 11.5),修改了原标准中褐煤蜡 90℃黏度的计算公式(原标准中 4,本标准 11.6.1);
- 《褐煤蜡加热损失量测定方法》(GB/T 3815):修改了原标准中部分仪器的名称(原标准中 1;本标准 12.2);
- 《褐煤蜡中地沥青含量测定方法》(GB/T 3816):删除了原标准中的附录,将其中实质性内容移至正文中有关章节(本标准 13.3.1.3),删除了原标准中用海拔高度计算褐煤蜡中地沥青含量的公式(原标准中 3.1)。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:煤炭科学研究总院北京煤化工研究分院。

本标准主要起草人：罗隽飞、刘淑云、吴宽鸿、姜英、陈亚飞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 2559—1981；
- GB/T 2560—1981；
- GB/T 2561—1981；
- GB/T 2562—1981；
- GB/T 2563—1981；
- GB/T 2564—1981；
- GB/T 3812—1983；
- GB/T 3813—1983；
- GB/T 3814—1983；
- GB/T 3815—1983；
- GB/T 3816—1983。

褐煤蜡测定方法

1 范围

本标准规定了褐煤蜡样的采取和制备、褐煤蜡熔点、褐煤蜡滴点、褐煤蜡中溶于丙酮物质(树脂物质)、褐煤蜡中苯不溶物、褐煤蜡灰分、褐煤蜡酸值和皂化值、褐煤蜡密度、褐煤蜡黏度、褐煤蜡加热损失量、褐煤蜡中地沥青含量试验方法。

本标准适用于褐煤蜡。

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 石油产品试验用玻璃液体温度计 技术条件

JJG 214 滚动落球黏度计

3 褐煤蜡样的采取和制备

3.1 采、制样工具

- 3.1.1 铲子;
- 3.1.2 小锤;
- 3.1.3 带盖铁盒;
- 3.1.4 镀锌铁盘或搪瓷盘;
- 3.1.5 标准筛: 5 mm 圆孔筛, 1 mm 网筛;
- 3.1.6 镀锌铁板: 1 m×1 m;
- 3.1.7 研钵;
- 3.1.8 杵状硬质木棒: 长 250 mm~300 mm;
- 3.1.9 二分器或十字分样板;
- 3.1.10 簸箕;
- 3.1.11 磨口玻璃瓶。

3.2 试样的采取

3.2.1 采样基本原则

- 3.2.1.1 采样单元: 整批袋装褐煤蜡产品的总袋数为一个采样单元。
- 3.2.1.2 子样数目: 总袋数大于或等于 50 袋时, 最少子样数目为总袋数的 10%; 总袋数少于 50 袋时, 最少子样数目为 5 个。
- 3.2.1.3 子样点布置: 以一袋褐煤蜡产品为一个子样点, 子样点的确定应遵循“均匀分布, 使每一个子样点都有机会被选出”的原则。
- 3.2.1.4 子样量和总样量: 子样量不得少于 20 g, 总样量不得少于 1 000 g。

3.2.2 采样方法

- 3.2.2.1 片状或粒状的产品, 应离表面 1/3 处用铲子取出一个子样, 各袋中所取试样量应大约相等, 试样装入铁盒中, 盒内外各附一张标签, 密封保存。
- 3.2.2.2 模铸块状的产品, 每个采样袋中取出 2 块, 用小锤在每块试样上从 3 处取大小近似相等的小

块,试样装入铁盒中,盒内外各附一张标签,密封保存。

3.3 试样的制备

3.3.1 将采取的褐煤蜡样用研钵、研棒捣碎成粒度不大于 5 mm 的颗粒,并全部过 5 mm 圆孔筛。

3.3.2 用堆锥四分法或二分器缩分褐煤蜡样,直至缩分成 2 个 500 g 的褐煤蜡样,其中一个 500 g 褐煤蜡样装入清洁干燥磨口玻璃瓶中,贴上标签,密封保存,供仲裁之用。

3.3.3 用堆锥四分法或二分器从另一个 500 g 褐煤蜡样中缩分出 100 g,并用研棒捣碎成粒度不大于 1 mm 的颗粒,全部过 1 mm 网筛;将 400 g 小于 5 mm 的褐煤蜡样和 100 g 小于 1 mm 的褐煤蜡样分装于 2 个清洁干燥带磨口塞的玻璃瓶中,贴上标签,送化验室分析检验。

3.3.4 堆锥四分法缩分褐煤蜡样:把已破碎过筛的褐煤蜡样用铲子铲起堆成圆锥体,再交互地从褐煤蜡样堆两边对角贴底逐铲铲起堆成另一个圆锥。每铲铲起的褐煤蜡样不应过多,并分两三次撒落在新锥顶端,使之均匀地落在新锥的四周。如此反复堆掺三次,再由褐煤蜡样堆顶端从中心向周围均匀地将褐煤蜡样压平成厚度适当的扁平体。将十字分样板放在扁平体的正中,向下压至底部,褐煤蜡样被分成四个相等的扇形体,将相对的两个扇形体去掉,留下的两个扇形体再混合,按上述步骤直至缩分出合适质量的褐煤蜡样。

二分器缩分褐煤蜡样:入料时,簸箕应向一侧倾斜,并要沿二分器的整个长度往复摆动,以使褐煤蜡样比较均匀地通过二分器。缩分后任取一边的褐煤蜡样。

3.3.5 标签上应注明:生产厂名称、产品名称、等级、批号、采样日期、制样人和检测项目。

4 褐煤蜡熔点的测定方法

4.1 方法要点

将装有褐煤蜡样的开口毛细管浸入熔点测定管水浴中,以一定升温速度加热,当蜡柱刚刚开始上升时的温度作为蜡样的熔点。

4.2 仪器、设备

4.2.1 熔点测定装置(如图 1 所示);

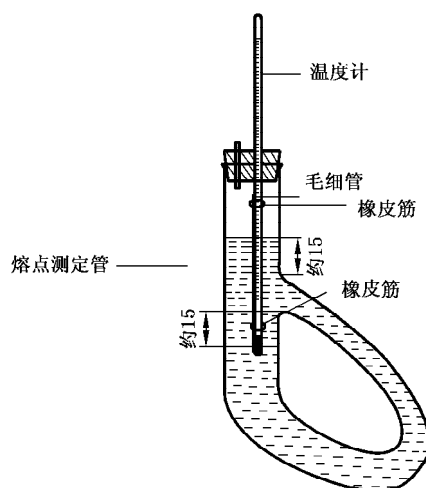


图 1 熔点测定装置

4.2.1.1 熔点测定管;

4.2.1.2 温度计:50℃~100℃,分度为 0.1℃;

4.2.1.3 毛细管:内径 0.8 mm~1.2 mm,长约 70 mm,管壁厚度为 0.2 mm~0.3 mm,两头开口;

4.2.1.4 可调电炉:500 W(或小本生灯);

4.2.2 瓷坩埚:50 mL;

4.2.3 鼓风干燥箱:能在 100℃~110℃恒温;

4.2.4 天平:感量 1 g;

4.2.5 支架;

4.2.6 带孔橡皮塞;

4.2.7 刀片。

4.3 测定步骤

4.3.1 称取粒度小于 5 mm 的褐煤蜡样 $20\text{ g} \pm 1\text{ g}$ 放入瓷坩埚中,再将坩埚放到已加热到 $102^{\circ}\text{C} \sim 105^{\circ}\text{C}$ 的鼓风干燥箱中,待蜡样熔化后不时搅拌并保温 1 h,然后在该温度下静置至少 30 min。

4.3.2 将洗净干燥的毛细管一端,垂直浸入熔化的蜡样中约 10 mm 深,在毛细管中形成蜡柱后取出(蜡柱内不应有气泡存在),待凝固后用刀片将粘附在毛细管外的蜡刮掉。管口蜡柱应削平,在常温下放置 12 h 以上或在冰水(0°C)中冷却 10 min 后即可进行测定。

4.3.3 把煮沸过并冷却到室温的蒸馏水倒入熔点测定管中,使液面高出支管口上 15 mm,然后把熔点测定管固定在支架上。

4.3.4 将装有蜡样的毛细管上部用橡皮筋缚于水银温度计上,使毛细管内蜡柱的一端紧贴在温度计水银球的侧面,并用一细橡皮筋缚在蜡柱的上平面上,以便易于观察蜡柱的上升。

4.3.5 用带孔的橡皮塞将温度计固定在熔点测定管中,温度计的水银球要位于熔点测定管支管口下 15 mm 处(如图 1)。

4.3.6 用电炉或小本生灯加热熔点测定管,当距预测熔点 10°C 时,控制升温速度为 $(1^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C})/\text{min}$,观测蜡柱刚刚开始上升时的温度,即为蜡样的熔点。读数取小数点后两位。

4.3.7 取重复测定结果的算术平均值作为测定结果,结果取到小数点后一位。

4.4 方法精密度

熔点测定的重复性限和再现性临界差如表 1 规定。

表 1 熔点测定的重复性限和再现性临界差

褐煤蜡的熔点/ $^{\circ}\text{C}$	重复性限	再现性临界差
	0.5	1.5

5 褐煤蜡滴点的测定方法

5.1 方法要点

褐煤蜡样装入滴点计的脂杯中,在规定的加热条件下,记录褐煤蜡样从脂杯中滴出第一滴褐煤蜡液或流出 25 mm 长褐煤蜡液时的温度,即为滴点。

5.2 仪器和材料

5.2.1 滴点计(GB/T 514):由温度计、金属套管和玻璃脂杯组成,脂杯细口的边缘是磨平的;

5.2.2 玻璃试管:直径 40 mm~50 mm,长 180 mm~200 mm;

5.2.3 高型烧杯:1 000 mL~2 000 mL;

5.2.4 搅拌器:金属或玻璃制;

5.2.5 砂浴电炉:温度可调节;

5.2.6 瓷坩埚:50 mL;

5.2.7 玻璃板;

5.2.8 鼓风干燥箱:能在 $100^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ 恒温;

5.2.9 天平:感量 1 g;

5.2.10 支架;

5.2.11 液体石蜡或甘油等加热介质;

5.2.12 橡皮塞:中心开孔,侧面开切口。

5.3 测定步骤

- 5.3.1 称取粒度小于 5 mm 的褐煤蜡样 $20\text{ g} \pm 1\text{ g}$ 放入瓷坩埚中,再将坩埚放到 $102^{\circ}\text{C} \sim 105^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中,待蜡样熔化后不时搅拌并保温 1 h,然后在该温度下静置至少 30 min。
- 5.3.2 将干燥的脂杯细口平放在一块玻璃板上,然后将准备好的蜡样从干燥箱中取出并立即小心地倒入脂杯中至接近宽口表面(蜡样不能带有气泡)。当脂杯边缘的蜡刚凝固时,将干燥的装上金属套管的温度计垂直插入脂杯中,使脂杯宽口的边缘与套管内部凸出边缘紧密贴合。注意金属套管上的侧孔不要被蜡堵塞。待温度计的指示温度降到 25°C 以下时再进行滴点的测定。
- 5.3.3 在清洁干燥的玻璃试管底部放一张圆形白纸,紧贴管底。
- 5.3.4 将带有脂杯和蜡样的温度计用一个中心开孔,侧面开切口的橡皮塞固定在玻璃试管当中,使温度计和玻璃试管的轴心线互相重合,并使脂杯细口边缘与玻璃试管底部的白纸相距 25 mm,用支架上的夹子将玻璃试管固定在高型烧杯中,使其成垂直状态,并使其底部与烧杯底相距 10 mm~20 mm。然后向烧杯中加入加热介质,玻璃试管在加热介质中要浸入 120 mm~150 mm。
- 5.3.5 烧杯中的加热介质要在不断搅拌下用砂浴电炉加热。当滴点计的温度达到预测滴点前 10°C 时,控制升温速度为 $1^{\circ}\text{C}/\text{min} \sim 2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。
- 5.3.6 从脂杯中滴出第一滴蜡液时或从脂杯中流出的蜡接触到白纸时立即读出温度,作为此蜡样的滴点。读取小数点后一位。
- 5.3.7 取重复试验结果的算术平均值作为试验结果,结果取整数。

5.4 方法精密度

滴点测定的重复性限和再现性临界差如表 2 规定:

表 2 滴点测定的重复性限和再现性临界差

褐煤蜡的滴点/ $^{\circ}\text{C}$	重复性限	再现性临界差
	2	3

6 褐煤蜡中溶于丙酮物质(树脂物质)的测定方法

6.1 方法要点

褐煤蜡样用丙酮在 $18^{\circ}\text{C} \sim 22^{\circ}\text{C}$ 下萃取。可溶部分经离心分离后蒸除溶剂,干燥至恒重。用恒重的残渣质量计算出溶于丙酮物质(树脂物质)的质量分数。

6.2 仪器和试剂

- 6.2.1 离心机:转速 3 000 r/min;
- 6.2.2 玻璃锥形离心管:容量 10 mL,配 1 号橡皮塞;
- 6.2.3 蒸发皿:高 20 mm,口径 60 mm;
- 6.2.4 量筒:10 mL(或 10 mL 移液管);
- 6.2.5 锡箔或铝箔;
- 6.2.6 恒温水浴;
- 6.2.7 鼓风干燥箱:能在 $100^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ 恒温;
- 6.2.8 干燥器;
- 6.2.9 分析天平:感量 0.000 2 g;
- 6.2.10 水银温度计: $0^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$,分度为 0.1°C ;
- 6.2.11 研钵;
- 6.2.12 标准筛:0.1 mm 网筛;
- 6.2.13 磨口玻璃瓶;

6.2.14 丙酮(GB/T 686)。

6.3 0.1 mm 褐煤蜡样的制备

6.3.1 将粒度小于 1 mm 的褐煤蜡试样用四分法缩分出一份质量 10 g 左右的蜡样。

6.3.2 把缩分出的蜡样用研钵研碎,直至全部通过 0.1 mm 网筛为止;把褐煤蜡样搅拌均匀后装入清洁干燥的磨口玻璃瓶中待用。

6.4 测定步骤

6.4.1 称取粒度小于 0.1 mm 的褐煤蜡样 0.5 g(称准至 0.000 2 g),放入离心管中。记下开始操作时的室温(读至 0.1℃)。

6.4.2 向离心管中加入 7 mL 丙酮,同时测出丙酮的温度(读至 0.1℃),用外包铝箔的橡皮塞将离心管口塞紧。将离心管上端边缘握在食指和中指之间,大拇指压紧橡皮塞(必须带乳胶手套),用手剧烈摇动 2 min。手的振动频率约 90 次/min,试管底部样品必须与丙酮充分混合。

6.4.3 打开橡皮塞,将粘附在塞子和离心管壁上的褐煤蜡样用 1 mL 的丙酮冲洗入离心管内。然后把离心管放入离心机中离心 2 min~3 min,此时管内溶液应澄清,如浑浊,应再离心一次。

6.4.4 将离心管内澄清的溶液倾析到已在 105℃下干燥并已称量的蒸发皿中,再将蒸发皿放在蒸馏水水浴上(或用红外灯)缓慢蒸干溶剂。

6.4.5 向离心管内再加入 7 mL 丙酮,沉淀物先用玻璃棒搅松,用少量丙酮把残留在玻璃棒上的沉淀物洗入离心管内,重复 6.4.2~6.4.4 步骤的操作 4 次以上,直至萃取液无色为止。记下操作完时的室温(读至 0.1℃)。

测定过程中需要严格控制温度,测定开始和终了时的室温温差不应超过 0.5℃,实验室的温度应控制在 18℃~22℃ 范围内。

6.4.6 将蒸除溶剂后的蒸发皿放在 100℃~105℃ 的鼓风干燥箱中干燥 1 h~2 h,取出蒸发皿放入干燥器中冷却 30 min,进行称量(称准至 0.000 2 g)。进行检查性干燥,每次 30 min,直至连续两次干燥后的质量变化不超过 0.000 4 g。

6.5 结果计算

6.5.1 褐煤蜡样中溶于丙酮物质(树脂物质)的质量分数按式(1)计算:

$$A_{C20} = \frac{K \times (m_2 - m_1)}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_{C20} ——20℃时褐煤蜡中溶于丙酮物质(树脂物质)的质量分数,单位为百分数(%);

m ——褐煤蜡样的质量,单位为克(g);

m_1 ——蒸发皿的质量,单位为克(g);

m_2 ——蒸发皿与溶于丙酮物质的质量之和,单位为克(g)。

$$K = 100 + 2.5(20 - t)$$

其中:

$$t = (t_1 + t_2 + t_3) / 3$$

t_1 ——萃取时所用丙酮的温度,单位为摄氏度(℃);

t_2 ——测定开始时的室温,单位为摄氏度(℃);

t_3 ——测定结束时的室温,单位为摄氏度(℃)。

6.5.2 取重复测定结果的算术平均值作为测定结果,结果取小数点后一位。

6.6 方法精密度

溶于丙酮物质(树脂物质)测定的重复性限和再现性临界差如表 3 规定。

表 3 溶于丙酮物质(树脂物质)测定的重复性限和再现性临界差

丙酮可溶物的质量分数/%	重复性限	再现性临界差
<20	0.3%(绝对值)	0.5%(绝对值)
20~30	0.4%(绝对值)	0.7%(绝对值)
>30~50	0.5%(绝对值)	0.9%(绝对值)
>50	1.0%(相对值)	1.8%(相对值)

7 褐煤蜡中苯不溶物的测定方法

7.1 方法要点

将褐煤蜡样放入滤纸筒内,然后将滤纸筒放入萃取装置中,用苯在水浴上加热回流萃取,取出滤纸筒,烘干至恒重,由滤纸筒中残渣的质量计算出苯不溶物的质量分数。

7.2 仪器和试剂

7.2.1 苯不溶物萃取装置(见图 2 所示);

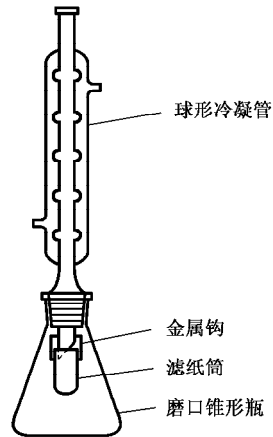


图 2 苯不溶物萃取装置

7.2.1.1 磨口锥形瓶:500 mL;

7.2.1.2 球形冷凝管:末端磨口与锥形瓶配合,冷凝管下口有 2 个对称小孔作挂钩用;

7.2.1.3 滤纸筒:直径 20 mm,高 80 mm。将大张中速定性滤纸(GB/T 1914)裁成 75 mm×75 mm 的正方形和 50 mm×50 mm 的正方形,用蒸馏水浸湿,贴在干净玻璃板上,用手指轻轻搓去四边的滤纸毛。先将大正方形的滤纸裹在直径 16 mm 的玻璃管外壁上,后将小正方形的滤纸裹在玻璃管底部(管底部带有一个小孔)。这样两者交替相裹,管壁、管底各 3 层。然后将其取下放在 105℃干燥箱内烘干。

7.2.1.4 金属钩。

7.2.2 恒温水浴:恒温范围 37℃~100℃;

7.2.3 鼓风干燥箱:能在 100℃~110℃恒温;

7.2.4 红外灯;

7.2.5 干燥器;

7.2.6 带磨口的高型称量瓶:直径 28 mm,高 95 mm;

7.2.7 分析天平:感量 0.000 2 g;

7.2.8 苯(GB/T 690)。

7.3 测定步骤

7.3.1 将滤纸筒放入高型称量瓶中。打开称量瓶盖,放入预先鼓风并已加热到 102℃~105℃干燥箱

中干燥 1 h,取出称量瓶,立即盖上盖,放入干燥器中,冷却 30 min 后称量(称准至 0.000 2 g)。进行检查性干燥,每次 30 min,直至连续两次干燥后的质量变化不超过 0.000 5 g 为止。

7.3.2 称取粒度小于 1 mm 的褐煤蜡样 $5 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ (称准至 0.000 2 g),放入已质量恒定的滤纸筒内。在萃取装置的磨口锥形瓶中加入 100 mL 苯,按图 2 所示接好萃取装置,滤纸筒不能与锥形瓶中的苯液相接触。在 90℃ 水浴中萃取 2 h 以上,直至滤纸筒中滴出无色苯液为止。

7.3.3 待滤纸筒内残留苯沥干后,取出滤纸筒放到原称量瓶中。打开称量瓶盖,先在红外灯下预干燥,再放入鼓风干燥箱中,重复 7.3.1 的操作。

7.4 结果计算

7.4.1 褐煤蜡中苯不溶物的质量分数按式(2)计算:

$$w(\text{苯不溶物}) = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w(\text{苯不溶物})$ ——苯不溶物的质量分数,单位为百分数(%);

m ——褐煤蜡样质量,单位为克(g);

m_1 ——高型称量瓶与滤纸筒质量之和,单位为克(g);

m_2 ——高型称量瓶、滤纸筒和不溶物质量之和,单位为克(g)。

7.4.2 取重复测定结果的算术平均值作为测定结果,结果取小数点后两位。

7.5 方法精密度

苯不溶物测定的重复性限和再现性临界差如表 4 规定。

表 4 苯不溶物测定的重复性限和再现性临界差

褐煤蜡中苯不溶物	重复性限	再现性临界差
	0.10 %	0.15 %

8 褐煤蜡灰分的测定方法

8.1 方法要点

称取一定量的褐煤蜡样,经高温灼烧后,以残留物的质量占褐煤蜡样质量的百分数作为褐煤蜡样的灰分。

8.2 仪器和设备

8.2.1 瓷坩埚:50 mL,带有坩埚盖(只在样品着火时灭火用);

8.2.2 可调电炉:1 000 W;

8.2.3 马弗炉:能升温到 850℃,可调节温度,通风良好;

8.2.4 坩埚钳:长把、短把各一个;

8.2.5 干燥器;

8.2.6 分析天平:感量 0.000 2 g。

8.3 测定步骤

8.3.1 将坩埚洗净、干燥,然后放入马弗炉内,在 $800^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 温度下灼烧 1 h,取出坩埚放在空气中冷却 3 min,再移入干燥器中冷却 30 min 后,进行称量(称准至 0.000 2 g)。进行检查性灼烧,每次 30 min,直至连续两次灼烧后的质量变化不超过 0.000 4 g 为止。

8.3.2 称取粒度小于 1 mm 的褐煤蜡样 $5 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ (称准至 0.000 2 g),放入已称量的坩埚(8.3.1)中,将装有褐煤蜡样的坩埚放在通风橱内的电炉上缓慢加热炭化。控制加热温度,避免褐煤蜡样自坩埚内溢出或挥发物着火。如发生着火,应立即用坩埚盖将坩埚盖上,使火熄灭,试验作废。

8.3.3 当坩埚中只剩下炭状残留物时,将其移入温度不高于 100℃ 的马弗炉内,炉门开启 10 mm~15 mm 的缝隙,然后缓慢升温到 800℃±10℃ (如着火试验作废),关闭炉门在此温度下灼烧 1 h。

8.3.4 取出坩埚放在空气中冷却 3 min,再移入干燥器中冷却 30 min 后进行称量(称准至 0.000 2 g)。进行检查性灼烧,每次 30 min,直至连续两次灼烧后的质量变化不超过 0.000 4 g 为止。

8.4 结果计算

8.4.1 褐煤蜡样的灰分按式(3)计算:

$$A = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

A——褐煤蜡的灰分,单位为百分数(%);

m——褐煤蜡样的质量,单位为克(g);

m₁——坩埚质量,单位为克(g);

m₂——盛有灰的坩埚质量,单位为克(g)。

8.4.2 取重复测定结果的算术平均值作为测定结果,结果取小数点后两位。

8.5 方法精密度

灰分测定的重复性限和再现性临界差如表 5 规定。

表 5 灰分测定的重复性限和再现性临界差

褐煤蜡灰分	重复性限	再现性临界差
	0.02%	0.03%

9 褐煤蜡酸值和皂化值的测定方法

9.1 方法要点

褐煤蜡用热的乙醇和二甲苯混合溶剂溶解,然后用氢氧化钾乙醇标准溶液进行滴定,算出酸值。接着再加氢氧化钾乙醇标准溶液,包括测定酸值所用的量在内共加 20 mL,在水浴上加热回流。然后用盐标准溶液进行反滴定,算出皂化值。

9.2 仪器和试剂

9.2.1 酸值和皂化值的萃取装置,如图 3 所示;

9.2.1.1 磨口锥形瓶:300 mL;

9.2.1.2 球形冷凝管:末端磨口与锥瓶配合,水套长度约 300 mm;

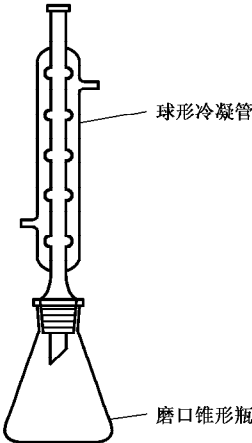


图 3 酸值和皂化值的萃取装置

- 9.2.2 酸滴定管:25 mL,分度 0.1 mL;
- 9.2.3 碱滴定管:25 mL,分度 0.1 mL;
- 9.2.4 恒温水浴:恒温范围 37℃~100℃,恒温控制精确到±2℃;
- 9.2.5 荧光滴定台;
- 9.2.6 量筒:100 mL 和 5 mL;
- 9.2.7 移液管:20 mL,10 mL(直形);
- 9.2.8 容量瓶:1 000 mL;
- 9.2.9 滴瓶:25 mL;
- 9.2.10 分析天平:感量 0.000 2 g;
- 9.2.11 鼓风干燥箱:能在 100℃~150℃恒温;
- 9.2.12 干燥器;
- 9.2.13 混合溶剂:95%乙醇(GB/T 679)和二甲苯(GB/T 16494)1+1 混合;
- 9.2.14 溴百里香酚蓝指示剂:称取 0.1 g 溴百里香酚蓝(GB/T 15352),称准至 0.01 g,溶于 100 mL 95%乙醇中。每两周配制一次;
- 9.2.15 酚酞指示剂:称取 1 g 酚酞(GB/T 10729),称准至 0.01 g,溶于 100 mL 95%乙醇中;
- 9.2.16 0.1 mol/L 氢氧化钾乙醇标准溶液
- 9.2.16.1 配制方法:称取氢氧化钾(GB/T 2306)6.9 g,用 150 mL 蒸馏水溶解后,倒入 1 000 mL 容量瓶中,再用 95%乙醇(GB/T 679)稀释至 1 000 mL,摇匀。
- 9.2.16.2 标定:将邻苯二甲酸氢钾(GB/T 1291)放在称量瓶中,打开盖放在 120℃干燥箱烘干 2 h,盖上盖取出,放在干燥器中冷却至室温。然后称取 0.3 g~0.4 g(称准至 0.000 2 g)置于 250 mL 烧杯中,加蒸馏水 100 mL,温热使其溶解,加 1%酚酞指示剂(2~3)滴,用上述配好的氢氧化钾乙醇溶液滴定至淡红色即为终点。至少需做 4 次重复标定,取极差不大于 0.001 0 mol/L 的四次标定结果的算术平均值作为结果。
- 9.2.16.3 计算:

$$M = \frac{G}{V \times 0.204\ 2} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

M ——氢氧化钾乙醇标准溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定所消耗氢氧化钾乙醇溶液的体积,单位为毫升(mL);

G ——邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

0.204 2——邻苯二甲酸氢钾的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

9.2.17 0.1 mol/L 盐酸标准溶液

9.2.17.1 配制方法:用移液管吸取盐酸(GB/T 622,相对密度 1.19)8.3 mL,放入内装少量蒸馏水的 300 mL 烧杯中,搅匀冷却后转移到 1 000 mL 的容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。

9.2.17.2 标定:用移液管吸取已标定过的氢氧化钾乙醇标准溶液 20 mL,加入(2~3)滴 1%酚酞指示剂,用刚配好的盐酸溶液滴定到由红色变为无色即为终点。至少需做 4 次重复标定,取极差不大于 0.001 0 mol/L 的四次标定结果的算术平均值作为结果。

9.2.17.3 计算:

$$M_1 = \frac{M \times V_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

M ——氢氧化钾乙醇标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——所取氢氧化钾乙醇标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时所消耗的盐酸溶液的体积,单位为毫升(mL);

M_1 ——盐酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

9.3 酸值测定步骤

9.3.1 准确称取粒度小于 1 mm 的褐煤蜡样 0.3 g(称准至 0.000 2 g),放入干燥的 300 mL 磨口锥形瓶中,用量筒加入 60 mL 混合溶剂(9.2.13),按图 3 接上球形冷凝管,在 86℃~90℃的恒温水浴上加热回流 15 min(时间从第一滴溶剂由球形冷凝管末端滴下时算起),并不时振荡瓶内容物。

9.3.2 取出锥形瓶,立即加入 1.5 mL 溴百里香酚蓝指示剂,在荧光滴定台上趁热用 0.1 mol/L 氢氧化钾乙醇标准溶液滴定到蓝色不变为止,记下氢氧化钾乙醇溶液用量。在每次滴定过程中,从锥形瓶停止加热到滴定完毕所经过时间不应超过 4 min。

9.3.3 测定时需同时做空白试验。

9.4 皂化值测定步骤

9.4.1 测定酸值后的溶液再加 0.1 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液,包括测定酸值所用的量在内共加 20 mL。

9.4.2 在 86℃~90℃的恒温水浴上加热回流 105 min,然后从冷凝管开口处用量筒加入 50 mL 95%乙醇,再回流 15 min。

9.4.3 取出锥形瓶,立即加入 1 mL 溴百里香酚蓝指示剂,在荧光滴定台上趁热用 0.1 mol/L 盐酸溶液滴定到溶液由蓝色变为黄色,稍停如又出现蓝丝,再继续滴定到蓝丝消失。如此反复多次,直至不再出现蓝丝即为终点。

9.5 结果计算

9.5.1 褐煤蜡的酸值按式(6)计算:

$$\text{酸值} = \frac{M \times (V_3 - V_4) \times 56.11}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

酸值——褐煤蜡的酸值,以 KOH 计,以 mg/g 表示;

M ——氢氧化钾乙醇标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——测定蜡样时滴定所消耗氢氧化钾乙醇溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白试验时滴定所消耗氢氧化钾乙醇溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——蜡样质量,单位为克(g);

56.11——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

9.5.2 褐煤蜡的皂化值按式(7)计算:

$$\text{皂化值} = \frac{M_1 \times (V_6 - V_5) \times 56.11}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

皂化值——褐煤蜡的皂化值,以 KOH 计,以 mg/g 表示;

M_1 ——盐酸标准溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_5 ——测定褐煤蜡样时滴定所消耗盐酸溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_6 ——空白试验时滴定所消耗盐酸溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——褐煤蜡样质量,单位为克(g)。

9.5.3 取重复测定结果的算术平均值作为测定结果,结果取整数。

9.6 方法精密度

酸值和皂化值测定的重复性限和再现性临界差如表 6 规定。

表 6 酸值和皂化值测定的重复性限和再现性临界差

	重 复 性 限	再现性临界差
酸值/(mg/g)	4	5
皂化值/(mg/g)	6	10

10 褐煤蜡密度的测定方法

10.1 方法要点

用广口密度瓶测出 20℃ 下褐煤蜡样的体积,根据同温度下蜡样的质量和体积计算出蜡样的密度。

10.2 仪器、材料和试剂

10.2.1 广口密度瓶:瓶身高 70 mm,外径 25 mm,带有一直径 1.6 mm 小孔的磨口玻璃塞,见图 4 所示。

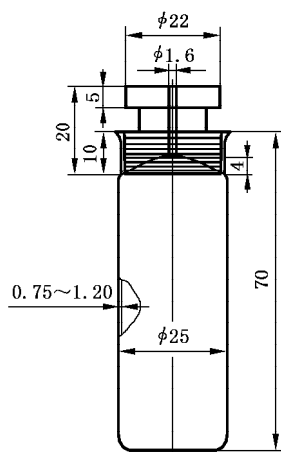


图 4 广口密度瓶

10.2.2 恒温水浴:能保持 20℃±0.5℃ 恒温;

10.2.3 分析天平:感量 0.000 2 g;

10.2.4 托盘天平:感量 0.5 g;

10.2.5 鼓风干燥箱:能在 100℃~110℃ 恒温;

10.2.6 干燥器;

10.2.7 水银温度计:0℃~30℃,分度为 0.2℃;

10.2.8 移液管:1 mL;

10.2.9 有柄瓷蒸发皿:100 mL;

10.2.10 脱脂棉;

10.2.11 定性滤纸;

10.2.12 50%乙醇水溶液:用 95%乙醇(GB/T 679)配制。

10.3 测定步骤

10.3.1 称量已恒重的密度瓶的质量(a)(称准至 0.000 2 g,下同)。

10.3.2 用移液管沿瓶壁向密度瓶加入 1 mL 50%乙醇水溶液,再把新煮沸过并冷却到 20℃ 左右的蒸

馏水倒入密度瓶中,然后放在 $20^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中恒温 30 min。恒温水浴中水面应低于密度瓶口 10 mm。

在恒温水浴中小心地塞上瓶塞,过剩的水即由塞上的毛细管中溢出,此时应注意小孔中不应有气泡存在。用一小条滤纸吸去瓶塞上小孔口的水至齐口,取出密度瓶,擦净密度瓶外壁附着的水,立即称其质量(b),此值每月至少检查一次。

10.3.3 称取 40 g 粒度小于 5 mm 的褐煤蜡样,放入有柄瓷蒸发皿中,再将瓷蒸发皿放到 $102^{\circ}\text{C} \sim 105^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中,在褐煤蜡样熔化后应不时搅拌,保温 1 h,然后在该温度下静置 30 min。

10.3.4 在干燥、预先温热的空密度瓶中用熔化的褐煤蜡样装至约 $2/3$ 高度,然后在 $102^{\circ}\text{C} \sim 105^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中放置 1 h,以便使可能包含的气体逸出(可轻敲或轻摇密度瓶以促使空气除去,必要时也可用温热的细玻璃棒搅拌褐煤蜡样)。

10.3.5 将装有褐煤蜡样的密度瓶冷却至室温后称其质量(c)。然后沿密度瓶壁加入 1 mL 50% 乙醇水溶液,使其充满褐煤蜡样与瓶之间的空隙,用新煮沸过的并冷却到 20°C 左右的蒸馏水将其充满,再放入 $20^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中恒温 1 h。

10.3.6 在恒温水浴中,小心地塞上瓶塞,过剩的水溢出后,小孔中不应留有气泡。用一小条滤纸吸去瓶塞上小孔口的水至齐口。取出密度瓶仔细擦干后立即称其质量(d)。

10.4 结果计算

10.4.1 褐煤蜡密度按式(8)计算:

$$\rho_{20} = \frac{c - a}{(b + c) - (a + d)} \times 0.998\ 2 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

ρ_{20} ——褐煤蜡在 20°C 时的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);

a ——空密度瓶的质量,单位为克(g);

b ——装满水的密度瓶质量,单位为克(g);

c ——装有部分褐煤蜡的密度瓶质量,单位为克(g);

d ——用褐煤蜡和水装满密度瓶质量,单位为克(g);

0.998 2——水在 20°C 时的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

10.4.2 取重复测定结果的算术平均值作为测定结果,结果取小数点后 4 位有效数字。

10.5 方法精密度

密度测定的重复性限和再现性临界差如表 7 规定。

表 7 密度测定的重复性限和再现性临界差

褐煤蜡密度 $\rho_{20}/(\text{g}/\text{cm}^3)$	重复性限	再现性临界差
	0.010 0	0.020 0

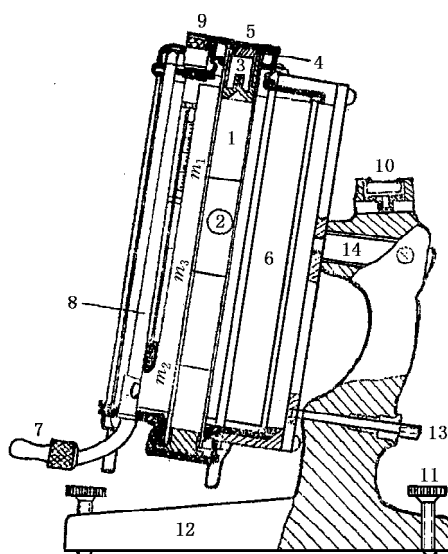
11 褐煤蜡黏度测定方法

11.1 方法要点

在规定温度下,测定测定球在充满褐煤蜡试液的倾斜试管中落下的时间,计算出液态褐煤蜡黏度。

11.2 仪器、材料和试剂

11.2.1 滚动落球黏度计(JJG 214),仪器结构见图 5;



- 1——试料管；
- 2——测定球；
- 3——排气塞；
- 4——密封盖；
- 5——螺帽；
- 6——玻璃外筒；
- 7——进水管；
- 8——出水管；
- 9——温度计；
- 10——水准泡；
- 11——水平螺钉；
- 12——支架；
- 13——定位销钉；
- 14——转轴；

m_1 、 m_2 、 m_3 ——试料管环形标记线。

图 5 滚动落球黏度计

- 11.2.2 恒温槽:恒温控制 $90^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$, 装有恒温液体输出循环泵；
- 11.2.3 秒表:分度为 0.2 s ；
- 11.2.4 日光灯:40 W；
- 11.2.5 干燥箱:能控制 $110^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ；
- 11.2.6 电吹风机；
- 11.2.7 瓷盘；
- 11.2.8 镊子；
- 11.2.9 烧杯:250 mL；
- 11.2.10 耐热橡胶管(硅橡胶管)；
- 11.2.11 脱脂棉；
- 11.2.12 玻璃棒；
- 11.2.13 苯(GB/T 690)。

11.3 仪器准备

11.3.1 将黏度计的试料管、测定球、排气塞、密封盖用苯洗干净,电吹风机吹干。

11.3.2 在操作平台上安装好黏度计,调整水平。黏度计进水管、出水管和恒温槽供液管用耐热橡胶管连接。

11.3.3 选用 80℃~100℃ 温度计(分度为 0.1℃),将其安装在黏度计的玻璃外筒内,接通恒温槽,使恒温液循环,调节恒温液温度,使玻璃外筒内温度恒定在 90℃±0.1℃。

11.3.4 选择测定球,以保证测定球在试液中通过测定管线时间稍长于 30 s。对于褐煤蜡 90℃ 时黏度,选用 2 号或 3 号测定球。

11.3.5 将测定球、排气塞、密封盖放入瓷盘内,置于 110℃ 干燥箱内预热 10 min。

11.4 试样准备

取 60 g~70 g 粒度小于 5 mm 的褐煤蜡样放入 250 mL 烧杯内,置于已恒温 110℃±2℃ 的干燥箱内熔融。熔融和静止沉降共需 30 min。

11.5 测定步骤

11.5.1 拧开黏度计试料管管盖,迅速将已熔化的褐煤蜡试液沿试料管内壁注入,直到离试料管顶端约 15 mm。用镊子将预热的测定球轻轻放入试料管中,放上排气塞。待褐煤蜡试液中气泡消失后,盖上密封盖,旋紧螺帽。至少放置 30 min 以后开始测定。

11.5.2 测定球下落时间的测定:使黏度计处于工作位置,开启日光灯,待测定球的下缘下降到与试料管的上环形标记线 m_1 相切时,开始计时,当测定球的下缘下降到与试料管的下环形标记线 m_2 相切时,停止计时,记录测定球下落时间。然后再使黏度计处于工作位置,进行第二次测定。连续测定 5 次,取后 3 次测定值的算术平均值作为落球时间。各次测定结果的极差,不应超过其算术平均值的 1%。

11.5.3 按上述步骤进行重复测定。

11.5.4 测定结束后,拧开螺帽,取出密封盖、排气塞,然后将黏度计机身倒转,使试料管中褐煤蜡试液及测定球流入烧杯中,立即用镊子取出测定球,用脱脂棉擦去测定球上褐煤蜡试液后放入有苯的烧杯中,洗涤、擦干。试料管壁上的褐煤蜡试液用脱脂棉擦去并用苯洗涤干净。旋转黏度计机身,将洗涤苯放出。关闭恒温槽,放出玻璃外筒内恒温液体。

11.6 结果计算

11.6.1 褐煤蜡的黏度按式(9)计算:

$$\eta = K(\rho - \rho_{90})t \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

η ——90℃ 时褐煤蜡的黏度,单位为毫帕斯卡·秒(mPa·s);

K ——试球常数;

ρ ——试球密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);

ρ_{90} ——褐煤蜡试液在 90℃ 时的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);

t ——试球下落平均时间,单位为秒(s)。

ρ_{90} 按式(10)计算:

$$\rho_{90} = \rho_{20} \times \frac{0.9653}{0.9982} = \rho_{20} \times 0.9670 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

ρ_{20} ——褐煤蜡在 20℃ 时的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³),按褐煤蜡密度测定方法进行测定;

0.9653 ——水在 90℃ 时的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);

0.9982 ——水在 20℃ 时的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³)。

11.6.2 取重复测定结果的算术平均值作为测定结果,结果取小数点后一位,并注明试球号数。

11.7 方法精密度

黏度测定的重复性限和再现性临界差如表 8 规定。

表 8 黏度测定的重复性限和再现性临界差

黏度 $\eta/(\text{mPa} \cdot \text{s})$		重复性限	再现性临界差
	≤ 100	4.0	6.0
	> 100	6.0	10.0

12 褐煤蜡加热损失量的测定方法

12.1 方法要点

褐煤蜡样在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下加热 2 h, 以加热前后蜡样质量的差值占蜡样的百分数作为加热损失量。

12.2 仪器

12.2.1 瓷坩埚: 50 mL(高 45 mm, 上口外径 52 mm, 下底外径 30 mm, 壁厚 1.5 mm), 见图 6 所示;

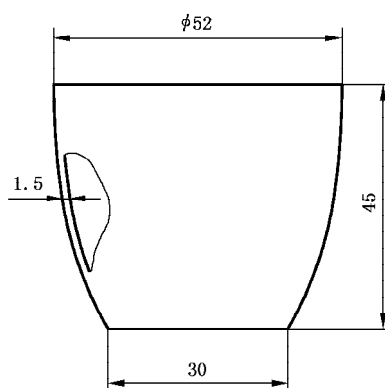


图 6 瓷坩埚

12.2.2 鼓风干燥箱: 能在 $100^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 恒温;

12.2.3 分析天平: 感量 0.000 2 g;

12.2.4 干燥器。

12.3 测定步骤

12.3.1 称取粒度小于 1 mm 的褐煤蜡样 $5 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ (称准至 0.000 2 g)。放入预先恒重过的坩埚中。轻轻振荡坩埚, 使褐煤蜡样表面平整。

12.3.2 将盛有褐煤蜡样的坩埚放入 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的干燥箱内上层水银温度计附近, 一次放入干燥箱中的坩埚不得多于 8 个。在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下恒温 2 h, 然后取出坩埚, 在干燥器中冷却至室温, 再进行称量 (称准至 0.000 2 g)。进行检查性干燥, 每次 30 min, 直至连续两次干燥后的质量变化不超过 0.001 0 g。

12.4 结果计算

12.4.1 褐煤蜡样的加热损失量按式(11)计算:

$$L_w = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

L_w ——褐煤蜡的加热损失量, 单位为百分数(%);

m_2 ——加热前褐煤蜡样和坩埚质量, 单位为克(g);

m_3 ——加热后褐煤蜡样和坩埚质量, 单位为克(g);

m_1 ——坩埚质量, 单位为克(g)。

12.4.2 取重复测定结果的算术平均值作为测定结果, 结果取小数点后两位。

12.5 方法精密度

加热损失量测定的重复性限和再现性临界差如表 9 规定。

表 9 加热损失量测定的重复性限和再现性临界差

褐煤蜡加热损失量 $L_w/\%$	重复性限	再现性临界差
	0.03	0.06

13 褐煤蜡中地沥青含量的测定方法

13.1 定义

褐煤蜡中地沥青 asphalt in montan wax

用异丙醇溶剂在 101 325 Pa(1 标准大气压)下沸腾状态萃取褐煤蜡时,不溶于异丙醇的那部分物质。

13.2 方法要点

将褐煤蜡试样和石英砂混合均匀,放入滤纸筒并置于萃取器中,用异丙醇在水浴上加热回流萃取,然后除去溶剂,烘干恒重。从试样的质量中减去萃取物的质量,其差值即为褐煤蜡中地沥青含量的测定值。然后根据测定地点的气压换算到相当于气压为 101 325 Pa(1 标准大气压)时的含量。

13.3 仪器、材料和试剂

13.3.1 地沥青萃取装置,见图 7 所示;

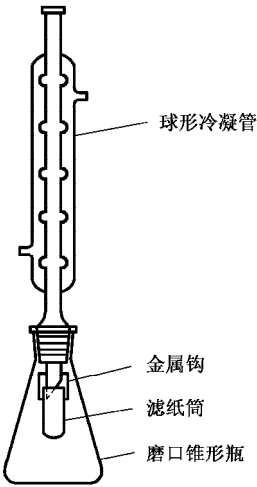


图 7 地沥青萃取装置

13.3.1.1 磨口锥形瓶:500 mL;

13.3.1.2 球形冷凝管:末端磨口,与锥形瓶配合,冷凝管下口有 2 个对称小孔作挂钩用;

13.3.1.3 滤纸筒:直径 20 mm,高 80 mm。将大张中速定性滤纸(GB/T 1914)裁成 75 mm×75 mm 的正方形和 50 mm×50 mm 的正方形,用蒸馏水浸湿,贴在干净玻璃板上,用手指轻轻搓去四边的滤纸毛。先将大正方形的滤纸裹在外径 20 mm 的玻璃管外壁上,后将小正方形的滤纸裹在玻璃管底部(管底部带有一个小孔)。这样两者交替相裹,管壁、管底各 3 层。然后将其取下放在 105℃干燥箱内烘干。

13.3.1.4 镍铬丝金属钩;

13.3.2 恒温水浴:恒温范围 37℃~100℃;

13.3.3 鼓风干燥箱:能在 105℃~110℃恒温;

13.3.4 蒸馏装置,见图 8 所示;

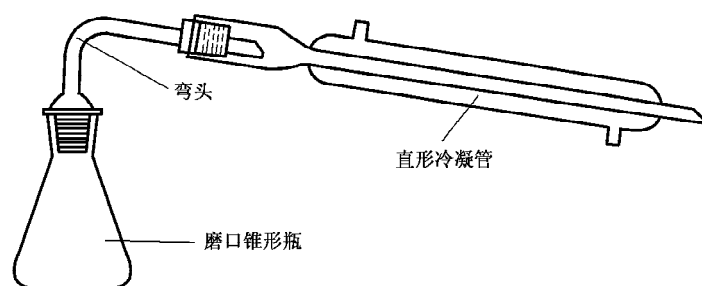


图 8 蒸馏装置

13.3.4.1 磨口锥形瓶:150 mL;

13.3.4.2 直形冷凝管;

13.3.4.3 弯头:带磨口塞,与磨口锥形瓶配合;

13.3.4.4 烧杯:300 mL;

13.3.5 量筒:100 mL;

13.3.6 可调电炉:1 000 W;

13.3.7 干燥器;

13.3.8 分析天平:感量 0.000 2 g;

13.3.9 托盘天平:感量 0.1 g;

13.3.10 气压计;

13.3.11 石英砂:化学纯,粒度 0.45 mm~0.20 mm;

13.3.12 异丙醇(HG/T 2892)。

13.4 测定步骤

13.4.1 称取 1 g±0.1 g 粒度小于 1 mm 的褐煤蜡样(称准至 0.000 2 g),放入已盛有 10 g 石英砂的滤纸筒内,用玻璃棒充分搅拌均匀。

13.4.2 在 500 mL 磨口锥形瓶内倒入 100 mL 异丙醇,按图 7 接好萃取装置。

13.4.3 将整个萃取装置放在水浴中,加热回流萃取,直至从滤纸筒中滴出无色溶剂为止(一般需 2 h 以上)。

13.4.4 萃取完毕后,将 500 mL 磨口锥形瓶内萃取液倒入已称量的 150 mL 磨口锥形瓶内。将 20 mL 异丙醇倒入 500 mL 磨口锥形瓶中,在电炉上加热,待异丙醇液沸腾后取下,振荡多次充分洗涤瓶壁粘附物,重复加热、振荡(2~3)次之后,将此液倒入 150 mL 磨口锥形瓶中。再用 20 mL 异丙醇液重复上述操作。按图 8 接好蒸馏装置,在水浴中加热蒸除溶剂。

13.4.5 将蒸除溶剂后的磨口锥形瓶置于干燥箱中,在 102℃~105℃干燥 2 h,取出,放入干燥器中,冷却 30 min 后称量(称准至 0.000 2 g)。进行检查性干燥,每次 30 min,直至连续两次干燥后的质量变化不超过 0.001 0 g。

13.5 结果计算

13.5.1 褐煤蜡中地沥青质量分数的实测值按式(12)计算:

$$A_{sp}^a = \frac{m - (m_2 - m_1)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

A_{sp}^a ——气压为 a (Pa)时地沥青质量分数的实测值,单位为百分数(%);

m_1 ——空三角瓶质量,单位为克(g);

m_2 ——空三角瓶和溶于异丙醇物的质量,单位为克(g);

m ——褐煤蜡样质量,单位为克(g)。

褐煤蜡中地沥青的质量分数按式(13)计算:

$$A_{sp}^0 = A_{sp}^a - K(101\,325 - a) \dots\dots\dots (13)$$

式中:

- A_{sp}^0 ——褐煤蜡中地沥青的质量分数(气压为 101 325 Pa 时),单位为百分数(%);
- a ——测定地沥青时的气压值,单位为帕(Pa);
- K ——在 79 993 Pa~101 325 Pa 时,气压每减少 1 Pa 所引起的地沥青含量的增加量,其值为 3.770×10^{-4} ,单位为百分数(%)。

13.5.2 取重复测定结果的算术平均值作为测定结果,结果取小数点后两位。

13.6 方法精密度

地沥青含量测定的重复性限和再现性临界差如表 10 规定。

表 10 地沥青含量测定的重复性限和再现性临界差

褐煤蜡中地沥青质量分数 $A_{sp}^0/\%$	重复性限	再现性临界差
	1.00	2.00
