

微量法残炭测定仪测试方法

Test method for micro determination of carbon Residue analyzers

2021 - 07 - 02 发布

2021 - 09 - 02 实施

目 次

前言..... III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 测试条件 1

 3.1 环境条件 1

 3.2 仪器及配套设备 1

4 测试项目及方法 2

 4.1 测试项目 2

 4.2 测试方法 2

 4.2.1 控温误差和稳定性 2

 4.2.2 升温速率控制 2

 4.2.3 载气流量控制 3

 4.2.4 仪器示值误差 3

 4.2.5 仪器重复性 3

 4.2.6 安全性能 4

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由湖南省市场监督管理局提出并归口。

本文件起草单位：湖南省计量检测研究院、长沙富兰德实验分析仪器有限公司、长沙卡顿海克尔仪器有限公司、中国石油天然气股份有限公司湖南销售公司、湘潭县产品商品检验检测中心、湖南省环保产业会环境监测专委会。

本文件主要起草人：李娅、肖克、王柠莎、柏文琦、蒋海华、周仁发、董宇、何春霞、李兴、吴婷、陈杨、张特乐、张康。

微量法残炭测定仪测试方法

1 范围

本文件规定了微量法残炭测定仪的测试项目及方法。

本文件适用于轻柴油、润滑油等石油产品炭质残留物含量测定的微量法残炭测定仪（以下简称残炭测定仪）。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 4793.1 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第1部分：通用要求

GB/T 17144 石油产品残炭测定法（微量法）

GB/T 18610.2 原油 残炭的测定 第2部分：微量法

JJG 1140 工业分析仪

3 测试条件

3.1 环境条件

3.1.1 环境温度：10℃～40℃，温度变化幅度在±5℃以内。

3.1.2 环境相对湿度：≤80%。

3.1.3 工作电源：AC 220 V±22 V，50 Hz±1 Hz。

3.1.4 周围无强烈振动，无强电磁干扰，无腐蚀性气体，通风性较好。

3.2 仪器及配套设备

3.2.1 电子天平：测量量程≥200 g，分度值 0.1 mg，准确度不低于Ⅰ级。

3.2.2 标准热电偶：测量范围（0～1000）℃，准确度为二等及以上。

3.2.3 皂膜流量计：测量范围（50～1000）mL/min，准确度为 1.0 级及以上。

3.2.4 秒表：分辨力 0.01 s，日差优于±0.5 s。

3.2.5 残炭成分标准物质：国家有证标准物质，扩展不确定度小于 1%，k=2。

3.2.6 载气：氮气，纯度≥98.5%。

3.2.7 绝缘电阻表：输出电压 500V，10 级。

3.2.8 耐压测试仪：交流电压（0～1.5）kV，5 级。

4 测试项目及方法

4.1 测试项目

残炭测定仪主要测试项目如下：

- a) 控温误差和稳定性；
- b) 升温速率控制；
- c) 载气流速控制；
- d) 仪器示值误差；
- e) 仪器重复性；
- f) 安全性能。

4.2 测试方法

4.2.1 控温误差和稳定性

将标准热电偶的测量端插入炉内样品槽内中，使其测量端与残炭仪控温热电偶的测量端在同一截面，将炉温分别依次设定为 100℃ 和 500℃，到达设定温度稳定 15 min 后，每 1 min 记录标准热电偶测量温度和仪器显示温度，连续测量 10 次，以 10 次标准热电偶测量算术平均值作为炉内实际温度值，以残炭测定仪 10 次显示温度的平均值作为仪器显示温度值，按公式（1）分别计算 100℃ 和 500℃ 控温误差，取误差绝对值最大作为仪器控温误差；根据公式（2）分别计算 100℃ 和 500℃ 下，标准热电偶连续 10 次测量温度的极差值，取较大者作为仪器控温稳定性。

$$\Delta T = \bar{T}_i - T_{is} \quad \cdots \cdots (1)$$

式中：

ΔT ——控温误差，℃

$\bar{T}_i$ ——100℃ 或 500℃ 下，10 次仪器显示温度的算术平均值，℃；

T_{is} ——100℃ 或 500℃ 下，10 次标准热电偶装置测量的算术平均值，℃。

$$\delta_T = T_{i\max} - T_{i\min} \quad \cdots \cdots (2)$$

式中：

δ_T ——稳定性，℃

$T_{i\max}$ ——100℃ 或 500℃ 下，10 次测标准热电偶温装置读数的最大值，℃；

$T_{i\min}$ ——100℃ 或 500℃ 下，10 次测标准热电偶温装置读数的最小值，℃。

4.2.2 升温速率控制

将标准热电偶的测量端放入炉内样品槽内中处，使其与残炭仪控温热电偶测量端在同一截面，设定升温速率 v_s 在 (10~15)℃/min (平均升温速率) 之间，初始温度为 100℃，升温至 500℃，记录升温时间 t_i ，重复测试 3 次，取 3 次升温时间的平均值，按公式（3）计算实际升温速率，实际平均升温速率与设定值的相对误差为仪器的升温速率控制误差，计算见公式（4）。

$$v = \frac{T_2 - T_1}{\bar{t}} \quad \cdots \cdots (3)$$

式中：

- v ——仪器平均升温速率，℃/min；
 T_2 ——仪器最终设定温度，此处为 500 ℃；
 T_1 ——仪器初始设定温度，此处为 100 ℃；
 $\bar{t}$ ——三次平均升温时间，min。

$$\delta_v = \frac{v - v_s}{v_s} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- v ——仪器平均升温速率，℃/min；
 v_s ——设定升温速率，℃/min；
 δ_v ——升温速率控制误差，%。

4.2.3 载气流量控制

分别对气体流量控制器 150 mL/min 和 600 mL/min 两个点进行测试，每个点重复测试 3 次，取 3 次测量结果的平均值作为流量控制器的实际流量值，按公式（5）计算各点的相对误差 δ_Q ，取绝对值最大者作为仪器气体流量控制误差。

$$\delta_Q = \frac{Q_y - \bar{Q}_s}{\bar{Q}_s} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- δ_Q ——仪器载气流量控制误差，%；
 Q_y ——载气流量控制器流量刻度的显示值，mL/min；
 $\bar{Q}_s$ ——载气流量控制器的实际流量值，mL/min。

4.2.4 仪器示值误差

采用浓度约为 2% 和 7% 的国家有证标准物质进行测试，按照仪器说明书给出的方法，每个浓度点重复测试 3 次，记录测试值。按公式（6）计算仪器的示值误差。

$$\Delta x = \frac{\bar{x} - x_s}{x_s} \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- Δx ——仪器示值误差，%；
 $\bar{x}$ ——3 次测试的算术平均值，%；
 x_s ——标准物质浓度值，%。

4.2.5 仪器重复性

选取浓度约 2% 的有证标准物质重复测试 7 次，记录测试值。按公式（7）计算 7 次测量结果的相对标准偏差，即为仪器重复性。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n=7} (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \times \frac{1}{\bar{x}} \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- s ——仪器重复性，%；
 x_i ——单次测试值，%；
 $\bar{x}$ ——7次测试值的算术平均值，%；
 n ——测试次数， $n=7$ 。

4.2.6 安全性能

4.2.6.1 高温反应炉外壳温度

将高温反应炉升温至 500 °C，按 GB 4793.1 测量外壳温度。

4.2.6.2 绝缘电阻

用 500 V 兆欧表，测量仪器电源进线端与机壳（或接地端子）间的绝缘电阻。测试时电源插头不接入电网，电源开关置于接通位置，用导线将电源插头的相线与零线短路，用兆欧表读取电源插头的相线与仪器接地端子之间的绝缘电阻。

4.2.6.3 绝缘强度

电源插头不接入电网，电源开关处于接通位置，用耐压测试仪分别在电源进线（火线、零线、地线）与机壳之间施加试验电压，试验电压由 0 V 上升到 1.5 kV，击穿报警电流预置 5 mA，历时 1 min，观察是否出现击穿或飞弧现象，然后平稳下降到零。
