

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

GB/T 2559—2005



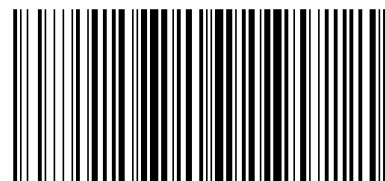
中华人民共和国国家标准

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



GB/T 2559—2005

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-27298

定价: 14.00 元

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

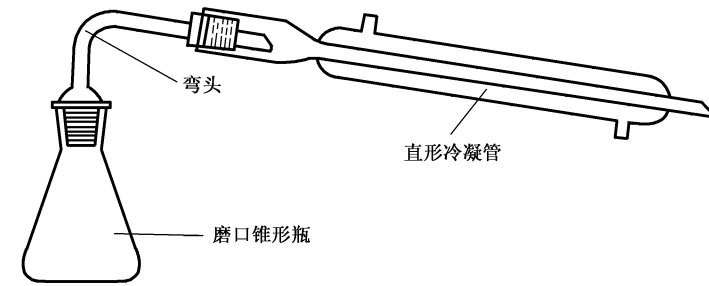


图 8 蒸馏装置

- 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)。

中华人民共和国
国家标准
褐煤蜡测定方法
GB/T 2559—2005

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.bzcs.com
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 41 千字
2006 年 4 月第一版 2006 年 4 月第一次印刷
*
书号: 155066·1-27298 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

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;

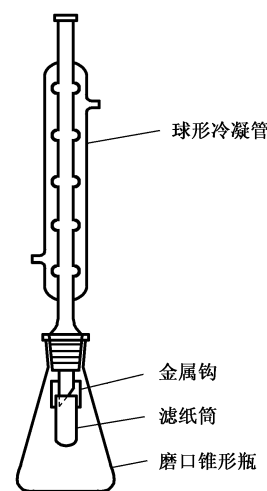


图 7 地沥青萃取装置

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;

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