

基于恒重操作的柴油残炭检测方法

冯玉娟

(内蒙古包钢集团电气有限公司, 内蒙古 包头 014010)

摘要:为解决柴油入厂检验中残炭检测结果离散度高的问题,本研究选取残炭、灰分、总污染物及机械杂质等四项关键指标,采用控制变量法探究恒重操作对检测数据稳定性的影响。结果表明:由于灰分检测标准强制恒重,两组数据稳定性无明显差异;未执行恒重操作时,残炭、总污染物、机械杂质等检测结果的相对标准偏差分别升至5.3%、8.7%、7.9%,数据离散度显著增大。在柴油残炭检测中,补充空白试样管恒重操作可有效降低称量不确定度,控制系统误差,提升低残炭($\leq 0.1\%$)样品、能力验证等场景下检测数据的准确性与重复性。该研究为实验室柴油检测质量控制提供了借鉴。

关键词:柴油;残炭检测;恒重操作;数据稳定性;实验室质量控制;系统误差

中图分类号:O652.1

文献标识码:B

文章编号:1009-5438(2026)02-0082-03

Detection Methods of Residual Carbon for Diesel Oil Based on Constant Weight Operation

Feng Yujuan

(Inner Mongolia Baotou Steel Group Electric Co., Ltd., Baotou 014010,
Inner Mongolia Autonomous Region, China)

Abstract: In order to solve the problem that the dispersed degree of detection results for residual carbon in incoming inspections of diesel oil is high, the effects of constant weight operation on inspection data stabilization are explored by selecting such four key indexes as residual carbon, ash content, total pollutants and mechanical impurities with the control variate method in this study. The results showed that there were no obvious differences for the stabilization of two groups of data due to the mandatory constant weight in standard of detection of ash content; the relative standard deviations of detection results for residual carbon, total pollutants and mechanical impurities were increased to 5.3%, 8.7% and 7.9% respectively as well as dispersed degree of data was significantly increased without constant weight operation. In the detection of residual carbon for diesel oil, the uncertainty of weighing could be effectively reduced and system errors could be controlled by supplementing constant weight operation of empty sample tube so that the accuracy and repeatability of detection data in such situations as low residual carbon ($\leq 0.1\%$) samples and proficiency testing could be improved. This study provides the references for quality control of detecting diesel oil in laboratory.

Key words: diesel oil; detection of residual carbon; constant weight operation; data stabilization; quality control of laboratory; system error

柴油是工业生产、交通运输等领域的重要动力能源,质量检测项目涵盖18项指标,其中灰分、总污染物、机械杂质及残炭等直接反映柴油的精制程度、清洁度及使用性能。在实际检测中发现,柴油低残炭($\leq 0.1\%$)检测结果经常出现波动,推测与空白试样管质量不稳定存在关联。恒重操作是重量分析法的核心环节,灰分、总污染物、机械杂质及残炭的测定均涉及恒重操作,其中灰分检测标准明确要求恒重操作,但对残炭检测空白试样管恒重未作强制规定。基于此,本文通过试验研究恒重操作对柴油残炭检测结果的影响,为提升检测质量提供技术支撑。

1 恒重操作

1.1 标准要求

标准 DL/T 938—2023《火电厂排水水质分析方法》关于“恒重操作”的定义是连续两次烘干或灼烧后的质量,其差值不超过 0.000 3 g。具体操作步骤:器皿和试样经规定条件灼烧、烘烤后,置于干燥器冷却至室温,使用分析天平称量,重复上述操作直至连续两次称重质量差值符合要求^[1]。

GB/T 17144—2021《石油产品残炭测定法 微量法》^[2]要求试样管洁净、干燥,并未对空白试样管恒重作出强制规定。残炭以“试样+试样管”检测前后的质量差作为计算基准。理论上空白试样管质量波动不影响结果,但试验中发现对于低残炭($\leq 0.1\%$)样品检测,空白试样管的微小质量波动会显著扩大称量不确定度,导致检测结果出现偏差。恒重操作的核心作用是稳定器皿质量,消除称量过程中的不确定度,有效提升低残炭、低污染物样品检测数据的稳定性。

1.2 应用价值

恒重操作是对标准检测流程的优化补充,并非是对标准条款的修改,其应用价值体现在三个方面:一是控制系统误差,通过稳定空白试样管质量,降低低残炭样品称量不确定度;二是提升数据重复性,在方法验证、能力验证等场景中保障数据准确性;三是避免结果误判,当残炭检测结果接近方法检出限时,可消除因试样管质量波动导致的判定偏差。

1.3 操作流程

恒重操作遵循标准化流程,具体操作要点:首先采用中性洗涤剂浸泡,并用纯水冲洗去除试样管表面油污及污染物残留,顽固污渍可辅以无水乙醇擦拭。然后将洁净试样管置于 105 ± 5 °C 恒温干燥箱 1 h 以上,彻底去除吸附水。烘干后立即移入常温干燥器冷

却至室温,冷却时间不少于 30 min,消除环境湿度的影响。最后使用 0.000 1 g 称量精度的分析天平称重,重复“烘干-冷却-称量”流程,直至连续两次称重质量差不超过 0.000 3 g,确认空白试样管质量稳定。

需要注意的是,恒重操作仅针对空白试样管,标准规定的试样称量、加热焦化等核心检测流程没有变化。所有空白试样管的恒重操作条件保持一致,包括烘干温度、冷却时间、天平称量环境等,避免因操作条件差异引入新的误差。

1.4 适用场景

恒重操作需结合检测需求确定,具体适用场景及取舍原则:残炭含量不超出 0.1% 的低残炭柴油样品检测;方法验证、能力验证及实验室间比对等质量控制活动;检测数据精密度要求较高的检测项目。其他情况无需恒重操作,如日常生产的检测、对精密度要求低的样品检测,按标准要求保持试样管洁净干燥即可。

2 试验方法与结果

2.1 试验材料与设备

试验材料为车用 0# 柴油,其执行标准 GB 19147—2016《车用柴油》^[3]。分析设备和仪器包括分析天平(测量精度 0.000 1 g)、马弗炉、干燥器、试样管、瓷坩埚、恒温干燥箱若干,均在计量检定有效期内。

试验分 2 组开展,A 组为对照组(无恒重操作),B 组为试验组(执行恒重操作),制备 12 组平行样品,随机分为 A、B 两组,每组 6 个样品。A 组的试样管、瓷坩埚执行恒重操作;B 组的试样管、瓷坩埚按标准要求清洁干燥,省略恒重步骤。每组样品满足各指标检测方法最低用量要求。试验采用控制变量法,在检测环境、仪器设备、试样初始状态一致条件下,对比两组试样残炭、灰分、总污染物及机械杂质等检测结果的稳定性,探究恒重操作对检测数据准确性的影响。

四项指标检测分别执行 GB/T 17144—2021《石油产品残炭测定法 微量法》、GB/T 508—2015《石油产品灰分测定法》^[4]、GB/T 33400—2016《中间馏分油、柴油及脂肪酸甲酯中总污染物含量测定法》^[5]和 GB/T 511—2010《石油产品和添加剂机械杂质测定法 重量法》^[6]。

2.2 试验结果

记录两组样品各项指标检测结果,计算平均值

与相对标准偏差(RSD),评估数据稳定性。A、B 两组试样的四项指标检测原始数据及统计结果分别见表 1、表 2。

表 1 A 组检测结果

样品编号	残炭 /%	灰分 /%	总污染物 /(mg·kg ⁻¹)	机械杂质 /%
01	0.082	0.015	0.008	0.006
02	0.080	0.014	0.007	0.005
03	0.083	0.015	0.008	0.005
04	0.081	0.014	0.007	0.006
05	0.082	0.015	0.008	0.005
06	0.081	0.014	0.007	0.006
平均值	0.081 5	0.014 5	0.007 5	0.005 7
相对标准偏差 (RSD)/%	1.2	1.6	1.3	1.8

表 2 B 组检测结果

样品编号	残炭 /%	灰分 /%	总污染物 /(mg·kg ⁻¹)	机械杂质 /%
01	0.085	0.015	0.009	0.007
02	0.089	0.016	0.012	0.009
03	0.083	0.014	0.008	0.006
04	0.091	0.015	0.013	0.010
05	0.087	0.016	0.011	0.008
06	0.084	0.014	0.009	0.006
平均值	0.086 5	0.015 0	0.010 3	0.007 7
相对标准偏差 (RSD)/%	5.3	2.1	8.7	7.9

由表 1、表 2 可知,A 组四项指标检测结果的相对标准偏差均小于 2.0%,而且数据重复性良好。B 组中,灰分检测因为标准强制要求恒重,其相对标准偏差为 2.1%,相较于 A 组无明显差异;而残炭、总污染物、机械杂质等三项指标相对标准偏差分别达到 5.3%、8.7%、7.9%,数据稳定性较 A 组大幅下降。上述结果表明,恒重操作对残炭、总污染物、机械杂质等检测数据稳定性至关重要,空白器皿质量波动会导致检测结果离散度增大。执行恒重操作后,空白器皿质量稳定,有效降低了称量不确定度,提高了数据准确性。

在残炭高温检测过程中,试样管由于灼烧不充分或冷却环境湿度影响,若无恒重操作会导致空白试样管质量波动,极易在低残炭样品检测中被放大,使检测结果出现系统性偏差。执行恒重操作后,由于消除了空白试样管质量波动带来的误差,所以连续两次称重偏差稳定在 0.000 3 g 以内,表明残炭检测结果的准确性与重复性良好。

3 柴油检测误差产生原因及处置措施

笔者结合试验研究与工作实践,梳理出残炭、灰分、总污染物、机械杂质等四项指标检测误差产生原因及处置措施(见表 3),以期为实验室质量控制提供参考。

表 3 柴油四项检测指标常见误差产生原因及处置措施

检测项目	误差产生原因	处置措施
残炭	1. 试样加热飞溅 2. 试样管未执行恒重/冷却不充分	1. 低温蒸发后升温,控制称样量 2. 试样管烘干至恒重,冷却时间≥30 min
灰分	1. 试样燃烧过程中飞溅 2. 马弗炉温度未达 775 ± 25 °C 3. 灰分吸湿/环境湿度大	1. 小火加热,坩埚口加盖留缝 2. 校准温控 3. 煅烧后立即入干燥器/定期换干燥剂
总污染物	1. 滤膜未恒重/溶剂未挥发 2. 过滤压力/温度不符 3. 溶剂不纯,引入杂质 4. 环境灰尘污染滤膜	1. 滤膜在 105 ± 5 °C 恒重,过滤后延长干燥时间 2. 控制过滤压力与环境温度 3. 选用优级纯溶剂,经空白滤膜预处理 4. 洁净环境操作,戴无尘手套,装置加盖
机械杂质	1. 滤纸孔径不符/未恒重 2. 溶剂温度不足 3. 过滤流速过快致杂质穿透 4. 滤纸转移滤渣脱落	1. 选用标准孔径滤纸并恒重 2. 溶剂加热至规定温度,趁热洗涤滤渣 3. 控制流速,滤液浑浊重滤 4. 操作轻柔,避免触碰滤渣面

4 结束语

审计整改是国有企业审计工作的落脚点,更是推进企业治理体系和治理能力现代化的重要抓手。国家审计署的顶层设计提供了根本遵循,内蒙古自治区审计厅《审计查出问题整改实施办法》构建了具有地方特色的闭环管理体系,为国有企业整改指明了方向。提升国有企业审计整改质效,需以思想建设为引领,压实整改主体责任;以制度完善为基础,筑牢闭环管理根基;以技术创新为支撑,提升整改管理效能;以协同联动为保障,凝聚整改监督合力。通过多维度发力,推动国有企业审计整改从“被动应付”向“主动作为”转变,从“解决个案”向“系统治理”转变。唯有如此,才能充分发挥审计整改的治本作用,切实维护国有资产安全,规范国有企业经营管理,为国有企业高质量发展提供坚实审计保障。未来,随着整改制度的完善和执行力度的加强,审计整改必将在国有企业治理现代化中发挥更重要的作用。

(上接第 84 页)

4 结束语

本试验研究证明恒重操作是保障柴油残炭、灰分、总污染物、机械杂质等检测数据稳定性、准确性的关键步骤。针对 GB/T 17144—2021《石油产品残炭测定法 微量法》标准,在低残炭($\leq 0.1\%$)的样品检测、能力验证等场景中,补充空白试样管恒重操作,可有效避免试样管质量波动导致的系统误差,提高检测结果的准确性。结合试验研究,笔者归纳出四项指标检测数据产生误差的原因以及处置措施,为提升柴油检测质量提供借鉴。

参 考 文 献

- [1] 内蒙古自治区人民政府办公厅. 关于印发自治区审计发现问题整改工作办法的通知:内政办发[2015]87号[EB/OL]. [2025-11-03]. https://www.nmg.gov.cn/zfbgt/zwgk/zzqwj/202012/t20201208_313351.html.
- [2] 李文杰. 企业审计整改存在的不足及对策[J]. 中国农业会计, 2025, 35(20): 106-108.
- [3] 胡俊红. 基层审计整改工作存在的问题及对策[J]. 审计与理财, 2024(7): 7-8.
- [4] 王斌. 国有企业审计整改长效机制构建研究[J]. 经济研究导刊, 2023(7): 103-105.
- [5] 国务院关于加强审计工作的意见:国发[2014]48号[EB/OL]. [2025-11-25]. https://www.gov.cn/gongbao/content/2014/content_2776494.htm.
- [6] 关于深化中央企业内部审计监督工作的实施意见:国资发监督规[2020]60号[EB/OL]. [2025-12-08]. <http://www.sasac.gov.cn/n2588030/n2588959/c15661368/content.html>.

参 考 文 献

- [1] DL/T 938—2023, 火电厂排水水质分析方法[S].
- [2] GB/T 17144—2021, 石油产品残炭测定法 微量法[S].
- [3] GB 19147—2016, 车用柴油[S].
- [4] GB/T 508—2015, 石油产品灰分测定法[S].
- [5] GB/T 33400—2016, 中间馏分油、柴油及脂肪酸甲酯中总污染物含量测定法[S].
- [6] GB/T 511—2010, 石油产品和添加剂机械杂质测定法 重量法[S].