

中华人民共和国国家标准

GB/T 511—2010
代替 GB/T 511—1988

石油和石油产品及添加剂机械杂质测定法

Petroleum, petroleum products and additives—
Method for determination of mechanical admixtures

2010-09-02 发布

2010-12-01 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

前 言

本标准修改采用原苏联标准 ГOCT 6370—1983(1997)《石油、石油产品和添加剂机械杂质测定法》。本标准根据 ГOCT 6370—1983(1997)重新起草。

为了适合我国国情,本标准在采用 ГOCT 6370—1983(1997)时进行了修改。本标准与 ГOCT 6370—1983(1997)的结构差异参见附录 A,技术差异参见附录 B。本标准与 ГOCT 6370—1983(1997)的主要技术差异如下:

- 本标准增加了规范性引用文件章;
- 根据我国实际情况在本标准第 4 章“仪器与设备”中对 ГOCT 6370—1983(1997)中的“设备和材料”进行了适当的修改;
- ГOCT 6370—1983(1997)要求使用白带牌或红带牌无灰滤纸,仲裁试验采用白带牌滤纸;本标准根据我国国情采用中速、直径 11 cm 的定量滤纸(GB/T 1914);
- 取消了 ГOCT 6370—1983(1997)标准的 2.4 和 2.5,即滤纸或微孔玻璃过滤器在恒重之前应预先用试验时所用溶剂冲洗这一步骤,增加了 7.9,并且计算中增加空白试验补正的内容;
- 本标准在 7.4 下加注,对新的微孔玻璃过滤器的处理及使用后如何清洗进行了描述;
- 本标准增加了附录 A“本标准章条编号与 ГOCT 6370—1983(1997)章条编号对照”和附录 B“本标准与 ГOCT 6370—1983(1997)技术差异对照”。

本标准代替 GB/T 511—1988《石油产品和添加剂机械杂质测定法(重量法)》,GB/T 511—1988 参照采用 ГOCT 6370-59《石油产品和添加剂机械杂质测定法》制定的。

本标准与 GB/T 511—1988 相比主要变化如下:

- 本标准名称改为《石油和石油产品及添加剂机械杂质测定法》;
- 适用范围修改为:石油、液态石油产品和添加剂,不适用于润滑脂和沥青;
- 按照 ГOCT 6370—1983(1997),在本标准中将微孔玻璃过滤器规格进行了修改;
- 将试剂中的甲苯代替苯,乙醇-甲苯混合溶剂(1:4)代替乙醇-苯混合溶剂(1:4);
- 恒重滤纸或微孔玻璃过滤器时,烘箱温度由 105 °C~110 °C 修改为 105 °C±2 °C,第一次干燥时间由不少于 1 h,改为不少于 45 min;
- 在准备工作中,本标准取消了“使用滤纸时,当试验中用乙醇-苯混合液或乙醇-乙醚混合液冲洗而不继续用蒸馏水冲洗时,应用 50 mL 上述溶剂冲洗滤纸”这一步骤;在计算公式中加入了空白试验修正的计算;
- 本标准取样量与溶剂的稀释比例按照 ГOCT 6370—1983(1997)进行了修改;
- 试验步骤中的冲洗溶剂按照 ГOCT 6370—1983(1997)进行了修改;
- 测定石油中机械杂质时,本标准增加了用硝酸银溶液检验滤液中氯离子的内容;
- 精密度按照 ГOCT 6370—1983(1997)进行了修改,重复性要求更加严格,增加了再现性。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会归口。

本标准起草单位:中国石化销售有限公司华北研究所。

本标准起草人:陈春会。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 511—1965、GB/T 511—1977、GB/T 511—1988。

石油和石油产品及添加剂机械杂质测定法

1 范围

本标准规定了用已恒重的定量滤纸或微孔玻璃过滤器过滤试样来测定石油和石油产品及添加剂中机械杂质的方法。

本标准适用于测定石油、液态石油产品和添加剂中的机械杂质。

本标准不适用于润滑脂和沥青。

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 1914 化学分析滤纸

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

SH 0004 橡胶工业用溶剂油

3 方法概要

称取一定量的试样,溶于所用的溶剂中,用已恒重的滤纸或微孔玻璃过滤器过滤,被留在滤纸或微孔玻璃过滤器上的杂质即为机械杂质。

4 仪器与设备

4.1 烧杯或宽颈的锥形烧瓶。

4.2 称量瓶。

4.3 玻璃漏斗。

4.4 保温漏斗。

4.5 洗瓶。

4.6 玻璃棒。

4.7 吸滤瓶。

4.8 水浴或电热板。

4.9 真空泵或水流泵:保证残压不大于 1.33×10^3 Pa。

4.10 干燥器。

4.11 烘箱:可加热到 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

4.12 红外线灯泡。

4.13 微孔玻璃过滤器:漏斗式, P_{10} (孔径 $4 \text{ } \mu\text{m} \sim 10 \text{ } \mu\text{m}$),直径 40 mm、60 mm、90mm。

4.14 分析天平:感量 0.1 mg。

5 试剂与材料

5.1 试剂

5.1.1 95%乙醇:化学纯。

5.1.2 乙醚:化学纯。

5.1.3 甲苯:化学纯。

5.1.4 乙醇-甲苯混合溶剂:用95%乙醇和甲苯按体积比1:4配成。

5.1.5 乙醇-乙醚混合溶剂:用95%乙醇和乙醚按体积比4:1配成。

注1:以上所有试剂使用前要用与试验时所采用的型号相同的滤纸或微孔玻璃过滤器过滤,然后做溶剂用。

注2:试验时允许采用等级不低于标准规定的试剂。

5.1.6 硝酸银:分析纯,配成0.1 mol/L的水溶液。

5.1.7 水:符合GB/T 6682中三级水的要求。

5.2 材料

5.2.1 定量滤纸:中速,直径11 cm,符合GB/T 1914标准要求。

5.2.2 溶剂油:符合SH 0004标准要求。

注:使用前要用与试验时所采用的型号相同的滤纸或微孔玻璃过滤器过滤,然后做溶剂用。

6 准备工作

6.1 将容器中的试样(不超过容器容积的四分之三)摇动5 min,使混合均匀。石蜡基和黏稠的石油产品应预先加热到40℃~80℃,润滑油添加剂加热至70℃~80℃,然后用玻璃棒仔细搅拌5 min。

6.2 试验用滤纸应放在清洁干燥的称量瓶中称量。

6.3 带滤纸的敞口称量瓶或微孔玻璃过滤器放在烘箱内,在105℃±2℃下干燥不少于45 min,然后放在干燥器中冷却30 min(称量瓶的瓶盖应盖上),进行称量,称准至0.000 2 g。重复干燥(第二次干燥时间只需30 min)及称量,直至连续两次称量间的差数不超过0.000 4 g。

7 试验步骤

7.1 按表1的要求将混合好的试样加入烧杯内并称量(至少能容纳稀释试样后的总体积),并用加热溶剂(溶剂油或甲苯)按比例稀释。

7.1.1 在测定石油、绿色石油产品、加添加剂的润滑油和添加剂中的机械杂质时,采用甲苯作为溶剂。

7.1.2 溶解试样的溶剂油或甲苯,应预先放在水浴内分别加热至40℃和80℃,不应使溶剂沸腾。

表1 不同试样的称取量和稀释比例

试样	样品质量 g	称准至 g	溶剂体积与 样品质量的比例
石油产品:100℃运动黏度			
20 mm ² /s 不大于	100	0.05	2~4
20 mm ² /s 大于	50	0.01	4~6
石油:含机械杂质			
1%(质量分数) 不大于	50	0.01	5~10
锅炉燃料:含机械杂质			
1%(质量分数) 不大于	25	0.01	5~10
1%(质量分数) 大于	10	0.01	≤15
添加剂	10	0.01	≤15

7.2 将恒重好的滤纸放在玻璃漏斗中。放滤纸的漏斗或已恒重的微孔玻璃过滤器用支架固定,趁热过滤试样溶液。溶液沿着玻璃棒流入漏斗(滤纸)或微孔玻璃过滤器,过滤时溶液高度不应超过漏斗(滤纸)或微孔玻璃过滤器的四分之三。烧杯上的残留物用热的溶剂油(或甲苯)冲洗后倒入漏斗(滤纸)或微孔玻璃过滤器,粘附在烧杯壁上的试样残渣和固体杂质要用玻璃棒使其松动,并用加热到40℃的溶剂油(或加热到80℃的甲苯)冲洗到滤纸或微孔玻璃过滤器上。重复冲洗烧杯直到将溶液滴在滤纸上,

蒸发之后不再留下油斑为止。

7.3 若试样含水较难过滤时,将试样溶液静止 10 min~20 min,然后将烧杯内沉降物上层的溶剂油(或甲苯)溶液小心地倒入漏斗或微孔玻璃过滤器内。此后向烧杯的沉淀物中加入(5~15)倍(按体积)的乙醇-乙醚混合溶剂稀释,再进行过滤,烧杯中的残渣要用乙醇-乙醚混合溶剂和热的溶剂油(或甲苯)彻底冲洗到滤纸或微孔玻璃过滤器内。

7.4 在测定难于过滤的试样时,允许使用减压吸滤和保温漏斗或红外线灯泡保温等措施。

减压过滤时,可用橡皮塞把过滤漏斗安装在吸滤瓶上,然后将吸滤瓶与真空泵连接。滤纸用溶剂润湿,使它完全与漏斗壁紧贴,倒入的溶液高度不应超过滤纸或微孔玻璃过滤器的四分之三,当前一部分溶液完全流尽后,再加入新的一部分溶液。抽滤速度应控制在使滤液成滴状,而不允许呈线状。

热过滤时不应使所过滤的溶液沸腾,溶剂油溶液加热不超过 40 °C,甲苯溶液加热不超过 80 °C。

注 1: 新的微孔玻璃过滤器在使用前需用铬酸洗液处理,然后用蒸馏水冲洗干净,置于干燥箱内干燥后备用。在试验结束后,应放在铬酸洗液中浸泡 4 h~5 h 后再用蒸馏水洗净,干燥后放入干燥器内备用。

注 2: 当试验中采用微孔玻璃过滤器与滤纸所测结果发生争议时,以用滤纸过滤的测定结果为准。

7.5 在过滤结束后,对带有沉淀物的滤纸或微孔玻璃过滤器,用装有不超过 40 °C 溶剂油的洗瓶进行清洗,直至滤纸或微孔玻璃过滤器上不再留有试样痕迹,而且使滤出的溶剂完全透明和无色为止。

7.5.1 在测定石油、深色石油产品、带添加剂的润滑油和添加剂中的机械杂质时,采用不超过 80 °C 的甲苯冲洗滤纸或微孔玻璃过滤器。

7.5.2 测定添加剂和带添加剂的润滑油中的机械杂质时,若滤纸或微孔玻璃过滤器中有不溶于溶剂油和甲苯的残渣,可用加热到 60 °C 的乙醇-甲苯混合溶剂补充冲洗。

7.6 在测定石油、添加剂和带添加剂润滑油的机械杂质时,允许使用热蒸馏水冲洗残渣。对带有沉淀物的滤纸或微孔玻璃过滤器用溶剂冲洗后,在空气中干燥 10 min~15 min,然后用 200 mL~300 mL 加热到 80 °C 的蒸馏水冲洗。

若测定石油中的机械杂质时,应用热水冲洗到滤液中没有氯离子为止,并用 0.1 mol/L 的硝酸银溶液检验滤液中氯离子的存在,滤液不混浊即为无氯离子。

7.7 带有沉淀物的滤纸或微孔玻璃过滤器冲洗完毕后,将带有沉淀物的滤纸放入过滤前所对应的称量瓶中,将敞口称量瓶或微孔玻璃过滤器放在 105 °C±2 °C 的烘箱内干燥不少于 45 min。然后放在干燥器中冷却 30 min(称量瓶的瓶盖应盖紧),进行称量,称准至 0.000 2 g。重复干燥(第二次干燥只需 30 min)及称量的操作,直至两次连续称量间的差数不超过 0.000 4 g 为止。

7.8 如果机械杂质的含量不超过石油产品或添加剂的技术标准的要求范围,第二次干燥及称量处理可以省略。

7.9 试验时,应同时进行溶剂的空白试验校正。

8 计算

试样的机械杂质含量 $w\%$ (质量分数)按式(1)计算:

$$w = \frac{(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——滤纸和称量瓶的质量(或微孔玻璃过滤器的质量),单位为克(g);

m_2 ——带有机械杂质的滤纸和称量瓶的质量(或带有机械杂质的微孔玻璃过滤器的质量),单位为克(g);

m_3 ——空白试验过滤前滤纸和称量瓶的质量(或微孔玻璃过滤器的质量),单位为克(g);

m_4 ——空白试验过滤后滤纸和称量瓶的质量(或微孔玻璃过滤器的质量),单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

9 报告

9.1 取重复测定两个结果的算术平均值作为试验结果。

9.2 机械杂质的含量在 0.005%(质量分数)(包括 0.005%)以下时,则可认为无机械杂质。

10 精密度

按下述规定判断测定结果的可靠性(95%置信水平)。

10.1 重复性:在同一实验室同一操作者使用同一台仪器,对同一试样连续测得的两个试验结果之差,不应超过表 2 所规定的数值。

10.2 再现性:不同操作者在不同实验室,使用不同仪器,对同一试样测得两个单一、独立的试验结果之差,不超过表 2 所规定的数值。

表 2 重复性与再现性

机械杂质(质量分数)/%	重复性(质量分数)/%	再现性(质量分数)/%
≤0.01	0.002 5	0.005
>0.01~0.1	0.005	0.01
>0.1~1.0	0.01	0.02
>1.0	0.10	0.20

附录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ГOCT 6370—1983(1997)章条编号对照

表 A.1 给出了本标准的章条编号与 ГOCT 6370—1983(1997)的章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准的章条编号与 ГOCT 6370—1983(1997)的章条编号对照表

本标准章条编号	ГOCT 6370—1983(1997)章条编号
1	引言
2	—
3	引言
4	1
5	1
6	2
7	3
8	4
9	4
10	4
附录 A	—
附录 B	—

附 录 B
(资料性附录)

本标准与 GOCT 6370—1983(1997)技术差异对照

表 B.1 给出了本标准与 GOCT 6370—1983(1997)的技术差异对照一览表。

表 B.1 本标准与 GOCT 6370—1983(1997)的技术差异对照

序 号	修订内容	修订原因
1	增加了规范性引用文件章	根据我国标准编写规定
2	GOCT 6370—1983(1997)的设备、材料和试剂为第 1 章,现修改为第 4 章仪器与设备,第 5 章试剂与材料。	根据我国标准编写习惯
3	GOCT 6370—1983(1997)要求使用白带牌或红带牌无灰滤纸,仲裁试验采用白带牌滤纸;本标准采用中速、直径 11 cm 的定量滤纸(GB/T 1914)。	国内没有与 GOCT 6370—1983(1997)标准要求相对应的滤纸;GB/T 511—1988 采用的是中速、直径 11 cm 的定量滤纸(GB/T 1914),而我国产品标准中机械杂质测定方法均采用 GB/T 511—1988,为避免方法的改动对产品标准中指标产生较大影响,所以本标准采用的滤纸与 GB/T 511—1988 的滤纸保持一致。
4	取消了 GOCT 6370—1983(1997)标准的 2.4 和 2.5,即滤纸或微孔玻璃过滤器在恒重之前预先用试验时所用溶剂冲洗这一步骤,增加了 7.9 应进行溶剂的空白试验,并且计算中增加空白试验补正的内容。	第一,很多试样在做试验之前很难确定冲洗溶剂的类型,如果按照 GOCT 6370—1983(1997)要求进行试验比较繁琐,有可能多次重做试验;第二,按照 GOCT 6370—1983(1997)要求,将滤纸或微孔玻璃过滤器预先用试验中的溶剂冲洗后恒重,与滤纸或微孔玻璃过滤器预先用溶剂冲洗而同时进行空白试验补正,两种试验方式的结果进行比较,所测试样的机械杂质含量都在重复性范围内。
5	本标准在 7.4 下加注,对新的微孔玻璃过滤器的处理及使用后如何清洗进行了描述	延用原标准 GB/T 511—1988。
6	附录 A	根据我国标准编写规定
7	附录 B	根据我国标准编写规定
注:表中所述修订内容以外的本标准内容和 GOCT 6370—1983(1997)的内容均相同。		

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
石油和石油产品及添加剂机械杂质测定法
GB/T 511—2010

*

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.spc.net.cn

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

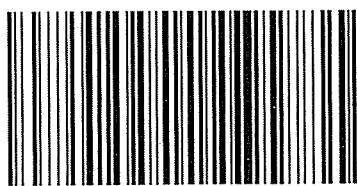
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2010年11月第一版 2010年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-40490 定价 16.00 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



GB/T 511—2010