

中华人民共和国国家标准

石油产品和添加剂机械杂质测定法 (重量法)

Petroleum products and additives—Determination
of mechanical impurities—Gravimetric method

UDC 685.52
/.54.001.4

GB/T 511—88

代替 GB 511—77

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用重量法测定机械杂质的方法。

本标准适用于石油产品和添加剂。

2 引用标准

GB 1787 航空汽油

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，用已恒重的滤器过滤，被留在滤器上的杂质即为机械杂质。

4 仪器与材料

4.1 仪器

4.1.1 烧杯或宽颈的锥形烧瓶。

4.1.2 称量瓶。

4.1.3 玻璃漏斗。

4.1.4 保温漏斗。

4.1.5 吸滤瓶。

4.1.6 水流泵或真空泵。

4.1.7 干燥器。

4.1.8 水浴或电热板。

4.1.9 红外线灯泡。

4.1.10 微孔玻璃滤器：坩埚式，滤板孔径4.5～9 μm。

4.2 材料

4.2.1 定量滤纸：中速（滤速31～60s），直径11cm。

4.2.2 溶剂油：符合 SH 0004 规格（或航空汽油：符合 GB 1787 规格）。

注：使用前均应过滤，然后作溶剂用。

5 试剂

5.1 95%乙醇：化学纯。

5.2 乙醚：化学纯。

5.3 苯：化学纯。

5.4 乙醇-苯混合液：用95%乙醇和苯按体积比1:4配成。

5.5 乙醇-乙醚混合液：用95%乙醇和乙醚按体积比4:1配成。

注：所有试剂在使用前均应过滤，然后作溶剂用。

6 准备工作

6.1 将装在玻璃瓶中的试样（不超过瓶容积的四分之三），摇动5 min，使混合均匀。石蜡和粘稠的石油产品应预先加热到40~80℃，润滑油的添加剂加热至70~80℃，然后用玻璃棒仔细搅拌5 min。

6.2 将定量滤纸放在敞盖的称量瓶中，在105~110℃的烘箱中干燥不少于1 h，然后盖上盖子放在干燥器中冷却30 min，进行称量，称准至0.000 2 g。干燥（第二次干燥时间只需30 min）及称量操作重复至连续两次称量间的差数不超过0.000 4 g。

6.3 在采用滤纸并以乙醇-乙醚混合液、乙醇-苯混合液为洗涤剂而不继续以蒸馏水洗涤时，应将滤纸折叠放在玻璃漏斗中，用50 mL温热的上述溶剂洗涤，然后干燥和恒重。

7 试验步骤

7.1 从混合好的石油产品中称取试样。100℃粘度不大于20 mm²/s的石油产品称取100 g；100℃粘度大于20 mm²/s的石油产品称取25 g；蜡和难于过滤的润滑油称取50 g，以上均称准至0.5 g；机械杂质含量大于1%的重油试样称取10 g，称准至0.1 g；添加剂的试样称取5~10 g，称准至0.02 g。

7.2 往盛有石油产品试样的烧杯中加入温热的溶剂油。100℃粘度不大于20 mm²/s的石油产品加入溶剂油量为试样的2~4倍；100℃粘度大于20 mm²/s的石油产品加入溶剂油量为试样的4~6倍；重油加入溶剂油量为试样的5~10倍；添加剂加入溶剂油量为试样的10~12倍。

在测定深色未精制石油产品、酸碱洗的润滑油、含添加剂的润滑油或添加剂的机械杂质时，可用苯作为溶剂。

作为试样溶剂用的溶剂油或苯应在水浴上预热，在预热时不要使溶剂沸腾。

7.3 趁热将试样的溶液用恒重好的滤纸过滤，该滤纸是安置在固定于漏斗架上的玻璃漏斗中，溶液沿着玻璃棒倒在滤纸上，过滤时倒入漏斗中溶液高度不得超过滤纸的四分之三。用热的溶剂油（或苯）将残留在烧杯中的沉淀物洗到滤纸上。

7.4 如试样含水较难过滤时，将试样溶液静置10~20 min，然后向滤纸中倾倒澄清的溶剂油（或苯）溶液。

此后向烧杯的沉淀物中加入5~10倍的乙醇-乙醚混合液，再进行过滤，烧杯中的沉淀要用乙醇-乙醚混合液和温热的溶剂油（或苯）冲洗到滤纸上。

7.5 在测定难于过滤的试样时，试样溶液的过滤和冲洗滤纸，允许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，可用滤纸或微孔玻璃滤器安装在吸滤瓶上，然后将吸滤瓶与抽气的泵连接。定量滤纸用溶剂润湿，放在漏斗中，使它完全与漏斗紧贴。抽滤速度应控制在使滤液成滴状，而不允许成线状。

微孔玻璃滤器的干燥和恒重与定量滤纸处理过程相同，热过滤时不要使所过滤的溶液沸腾。

注：① 新的微孔玻璃滤器在使用前需以铬酸洗液处理，然后以蒸馏水冲洗干净，置于干燥箱内干燥后备用。在做过试验后，应放在铬酸洗液中浸泡4~5 h后再以蒸馏水洗净，干燥后放入干燥器内备用。

② 当试验中采用微孔玻璃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。

7.6 在过滤结束时，对带有沉淀的滤纸，以带橡皮球洗瓶装的热溶剂油冲洗至过滤器中没有残留试样的痕迹，而且使滤出的溶剂完全透明和无色为止。

在测定深色未精制的石油产品、酸碱洗的润滑油、含添加剂的润滑油或添加剂的机械杂质时，可用苯冲洗残渣。

在测定添加剂或含添加剂润滑油的机械杂质时，常有不溶于溶剂油和苯的残渣，可用热的乙醇—乙醚混合液或乙醇—苯混合液冲洗残渣。

7.7 在测定添加剂或含添加剂润滑油的机械杂质时，若需要使用热水冲洗残渣，则在带沉淀的滤纸用溶剂冲洗后，要在空气中干燥10~15min，然后用50mL温度为55~60℃的蒸馏水冲洗。

7.8 在带有沉淀的滤纸和过滤器冲洗完毕后，将带有沉淀的滤纸放入已恒重的称量瓶中，敞开盖子，放在105~110℃烘箱中干燥不少于1h，然后盖上盖子放在干燥器中冷却30min，进行称量，称准至0.0002g。重复干燥（第二次干燥只需30min）及称量的操作，直至两次连续称量间的差数不超过0.0004g为止。

7.9 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。

7.10 使用滤纸时，必须进行溶剂的空白试验补正。

8 计算

试样的机械杂质含量 X 〔% (m/m)〕按下式计算：

$$X = \frac{(m_2 - m_1)}{m} \times 100$$

式中： m_2 ——带有机机械杂质的滤纸和称量瓶的质量（或带有机机械杂质的微孔玻璃滤器的质量），g；

m_1 ——滤纸和称量瓶的质量（或微孔玻璃滤器的质量），g；

m ——试样的质量，g。

9 精密度

重复性：同一操作者重复测定两个结果之差，不应大于下列数值：

机械杂质含量，%	重复性，%
<0.01	0.005
0.01~<0.1	0.01
0.1~<1.0	0.02
≥1.0	0.20

10 报告

10.1 取重复测定两个结果的算术平均值作为试验结果。

10.2 机械杂质的含量在0.005%以下时，认为无。

附加说明：

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由中国石化销售公司华北分公司石油商品应用技术研究所负责起草。

本标准首次发布于1965年1月。

本标准参照采用苏联国家标准ГОСТ 6370—59《石油产品和添加剂机械杂质测定法》。