



中华人民共和国国家标准

GB/T 21452—2008

中间馏分燃料颗粒物含量的测定 实验室过滤法

Petroleum products—Determination of particulate content of middle distillate
fuels—Laboratory filtration method

www.docin.com

(ISO 15167:1999, MOD)

2008-02-13 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用 ISO 15167:1999《石油产品——中间馏分燃料颗粒物含量测定法(实验室过滤法)》(英文版)。

本标准根据 ISO 15167:1999 重新起草。

为了适合我国国情,本标准在采用 ISO 15167:1999 时进行了修改。本标准与 ISO 15167:1999 的主要差异如下:

- 引用标准采用我国相应的国家标准;
- 重复性和再现性文字表述按我国习惯改写;
- 删除第 14 章试验报告。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出并归口。

本标准起草单位:中国石化集团洛阳石油化工工程公司工程研究院。

本标准主要起草人:刘峰阳、吕大伟、王艳星。

本标准为首次发布。

www.docin.com

中间馏分燃料颗粒物含量的测定 实验室过滤法

警告:本标准可能涉及某些危险材料、操作和设备,但并未对使用中涉及到的所有安全问题都提出建议。因此在使用本标准前,用户有责任建立合适的安全和健康措施并制定相应的管理制度。

1 范围

1.1 本标准适用于测定闭口闪点不低于 38℃(采用 GB/T 261 测定)的中间馏分燃料的颗粒物含量,不适用于测定轻馏分燃料(如汽油)或喷气燃料。

1.2 对用于柴油发动机和民用的中间馏分燃料中颗粒物含量的限制,可以防止过滤器堵塞以及其他操作问题。本标准测定范围为不大于 25 g/m³。

1.3 只有严格按照本标准条款进行测定,特别是滤膜材质(见 6.9 注)、试样量及试样完全过滤均符合本标准规定时,本标准的精密度才是有效的。

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 261 石油产品闪点测定法(闭口杯法)(GB/T 261—1983, eqv ISO 2719:1973)

GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998, eqv ISO 3170:1988)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

颗粒物含量 particulate content

在本标准的试验条件下,截留在公称孔径为 0.8 μm 滤膜上物质的量,以 g/m³ 表示。

4 方法概要

一定体积的试样用预先称量的测试滤膜过滤,经冲洗和烘干后称量得到测试滤膜的质量增量,同时也可得到位于测试滤膜下面的控制滤膜的质量增量。用测试滤膜的质量增量减去控制滤膜的质量增量得到试样的颗粒物含量。

5 试剂和材料

除非另有说明,所有试验过程中均使用分析纯的试剂。水应符合 GB/T 6682 中的三级水的要求。

5.1 异丙醇:化学纯,使用前用孔径为 0.45 μm 或孔径更小的滤膜过滤。

5.2 液体洗涤剂:水溶性。

5.3 冲洗液:正庚烷或 2,2,4-三甲基戊烷。使用前用孔径为 0.45 μm 或孔径更小的滤膜过滤。

5.4 自来水:清洁、达到饮用标准。如果没有合适的水,按照 5.3 过滤得到合适的水或者使用市售的纯净水代替。

6 仪器

6.1 分析天平:单盘或双盘,称量精度为 0.1 mg 或更高。

6.2 空气离子发生器:用于天平箱中。

注 1: 当使用固定盘天平时,只要在称量滤膜时确保滤膜不超出称量盘的边缘,可以不用空气离子发生器。

注 2: 空气离子发生器应在生产一年内使用。

6.3 烘箱:防爆式,不应用空气循环风扇,可控温 $90^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 培养皿:直径约 125 mm,内有可移动的用于支撑滤膜的玻璃支架。

注:手表大小的玻璃盖适合作滤膜的支架。

6.5 镊子:不锈钢,端头扁平,无锯齿。

6.6 实验室夹子:不锈钢或其他合适的耐腐蚀材料制成,用于闭合容器盖。

6.7 真空系统:能保持绝对压力为 1 kPa~100 kPa。

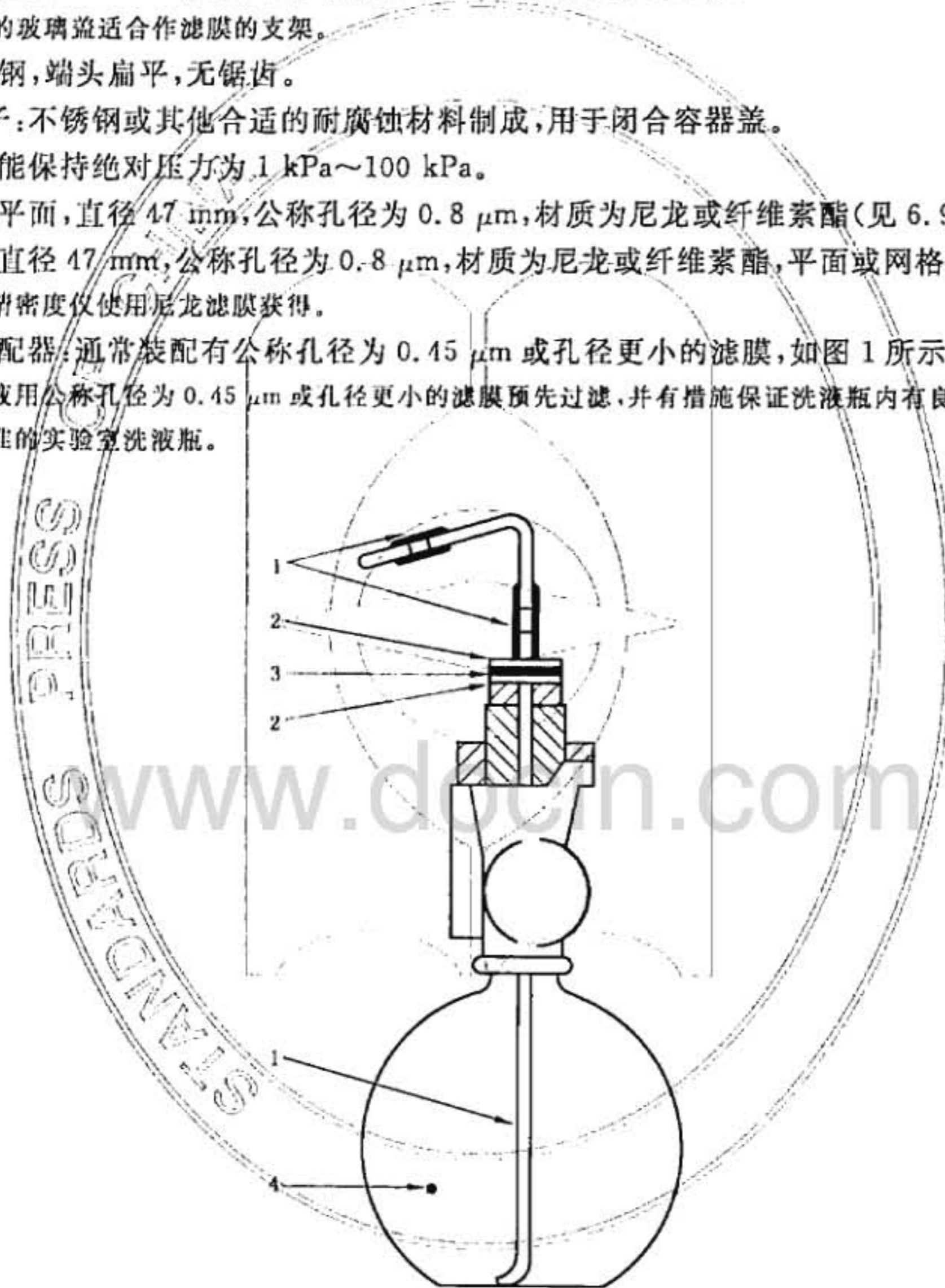
6.8 测试滤膜:平面,直径 47 mm,公称孔径为 $0.8 \mu\text{m}$,材质为尼龙或纤维素酯(见 6.9 注)。

6.9 控制滤膜:直径 47 mm,公称孔径为 $0.8 \mu\text{m}$,材质为尼龙或纤维素酯,平面或网格状。

注:本标准的精密度仅使用尼龙滤膜获得。

6.10 冲洗液分配器:通常装配有公称孔径为 $0.45 \mu\text{m}$ 或孔径更小的滤膜,如图 1 所示。

注:如果冲洗液用公称孔径为 $0.45 \mu\text{m}$ 或孔径更小的滤膜预先过滤,并有措施保证洗液瓶内有良好的清洁度,也可以使用标准的实验室洗液瓶。



- 1 —耐试剂的塑料管;
- 2 —支撑板;
- 3 —滤膜, $0.45 \mu\text{m}$;
- 4 —溶剂过滤分配器。

图 1 冲洗液过滤及分配装置

6.11 过滤装置:如图 2 所示。

6.11.1 过滤漏斗:由漏斗和支撑滤膜的漏斗托板组成,通过锁定环或弹性夹子将滤膜固定在漏斗密封面和漏斗托板之间。

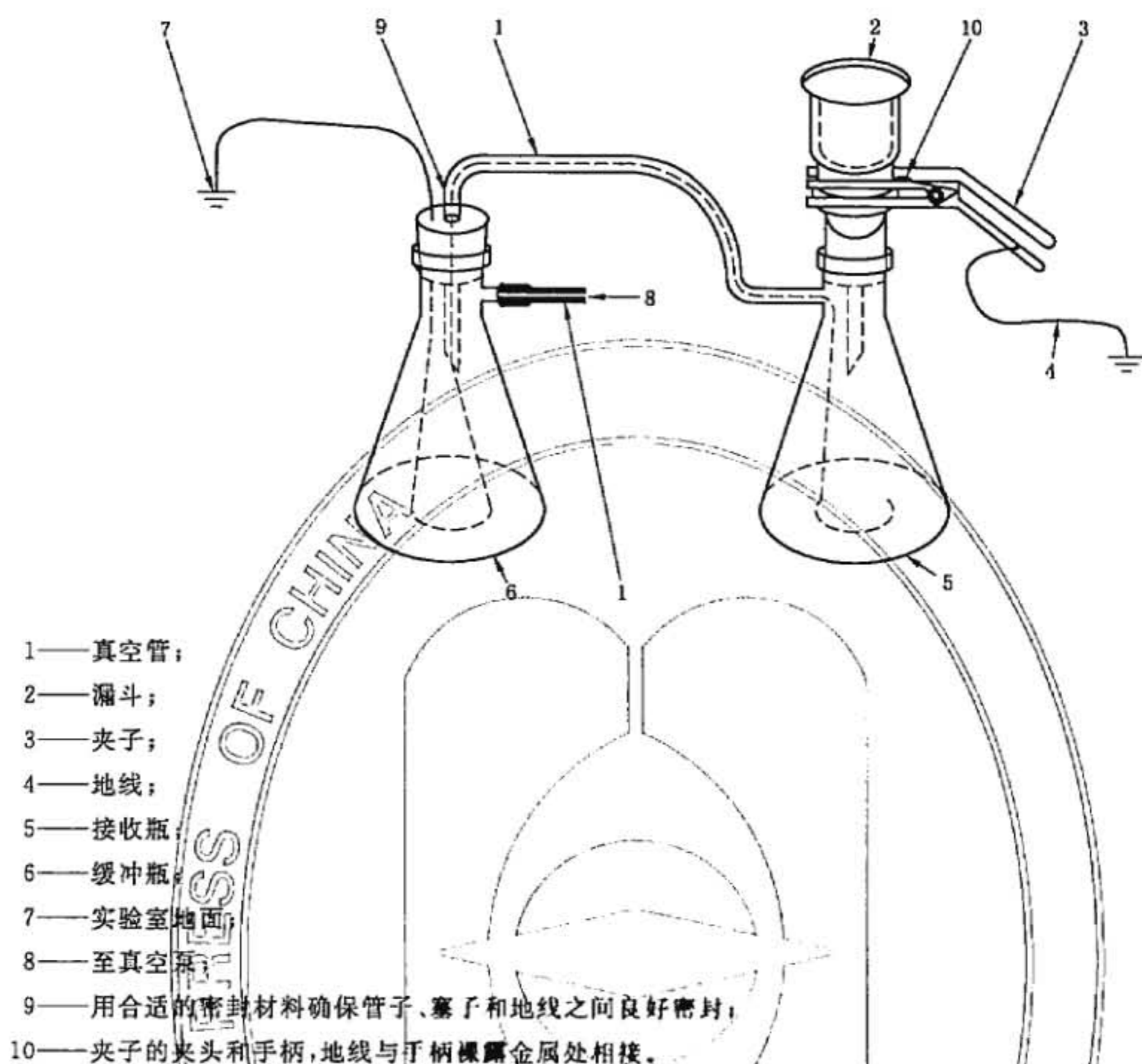


图2 颗粒物含量测定装置

6.11.2 接收瓶：硼硅玻璃材质，容量1 L，最好有刻度。用于接收过滤后的试样和冲洗时的洗液（见10.1和10.10）。接收瓶支管与缓冲瓶（6.11.3）相连，通过缓冲瓶连向真空系统。使用时按图2装配，这样可以防止烧瓶破裂。

注：可用密集的、结实的塑料网或胶带缠住烧瓶，防止烧瓶碎裂后玻璃碎片到处散落。

6.11.3 缓冲瓶：最小容量600 mL，硼硅玻璃材质。支管与接收瓶（6.11.2）相连，注意保护，防止烧瓶破裂。

6.11.4 地线：直径为0.912 mm~2.59 mm，柔软的不锈钢或铜线。如图2所示，与烧瓶相连并接地。

6.12 塑料膜：聚乙烯膜或其他清洁的耐试剂和样品的膜。

注：也可用清洁的铝箔。

6.13 量筒：硼硅玻璃材质，容量100 mL~500 mL。

7 样品容器和仪器的准备

7.1 按7.2~7.7的要求彻底清洗样品容器（清除掉所有的标记、标签等）、取样器以及有可能和样品或冲洗液接触或可将杂质带到滤膜上的仪器部件的所有表面。

7.2 用含有洗涤剂（5.2）的热自来水（5.4）冲洗。

7.3 用热自来水彻底漂洗。

7.4 在这个过程中和接下来的清洗中，用清洁的实验室夹子（6.6）夹住容器盖的外表面，用水彻底冲洗。

7.5 用异丙醇（5.1）彻底冲洗。

7.6 用冲洗液(5.3)彻底冲洗。

7.7 用预先冲洗(用冲洗液冲洗)干净并晾干的塑料膜(6.12)覆盖样品容器的顶部和连接有过滤仪器的漏斗的开口部分。

8 样品和取样

8.1 取样过程中确保取样设备应按第7章规定清洗。尽可能做到取样点和规定的取样设备有相同的清洁度,最大可能的避免外界环境对样品造成污染。

8.2 仅采用容量为1 L±0.15 L的样品容器。

8.3 取样容器可用玻璃瓶,也可用衬有环氧树脂的桶、聚四氟乙烯或无色高密度聚乙烯材料的容器。使用无色玻璃容器的好处是,很容易看清容器内部是否清洗干净。但透明的玻璃容器暴露于紫外光下有产生颗粒物的危险。如果使用透明的玻璃容器,尽可能避免样品暴露于紫外光线下。

8.4 样品应装满至容器容量的85%~95%。

8.5 按照GB/T 4756规定取样,样品最好从产品分配线或现场取样装置的取样口上动态取样。在取样前,确保取样管线用待测样品冲洗过。

8.6 按照GB/T 4756的要求从固定贮存罐中取样时,应确保样品不要经过其他容器而直接装入事先准备好的容器中。

注:从固定贮存罐中取样,燃料中的颗粒很可能沉淀导致测定结果偏低。如果可能,在取样前打循环或搅拌罐中的组分,或罐装满后立即取样。

9 滤膜的准备

9.1 每个试验至少准备两组滤膜,每一组包括测试滤膜(6.8)和控制滤膜(6.9)。

9.2 在培养皿(6.4)上做好标记以区分滤膜。

9.3 确保所有玻璃器具按第7章规定清洗过。

9.4 用镊子(6.5)将测试滤膜(6.8)和控制滤膜(6.9)紧挨着放在培养皿中的玻璃支架上。

9.5 将培养皿的盖子稍微打开,放入烘箱(6.3)中干燥30 min。

9.6 从烘箱中取出每个培养皿并且放在天平(6.1)附近,培养皿的盖子保持微开,但要保护滤膜防止空气污染。放置30 min,使滤膜与室内有相同的温度和湿度。

9.7 用镊子(6.5)夹住控制滤膜的边缘,从培养皿中取出控制滤膜,将其放在天平称量盘的中间称量,精确至0.1 mg,记录质量。然后将称量好的控制滤膜放回培养皿中。

9.8 按9.7同样的方法称量测试滤膜的质量。

9.9 用清洁的镊子(6.5)夹住滤膜的边缘,将称过质量的控制滤膜放在过滤仪器(见图2)滤膜的托板上,再将称过质量的测试滤膜放在控制滤膜的上面,然后按图2所示用锁定环或弹性夹子夹住漏斗的上下部分,将滤膜固定。过滤开始前不要从漏斗口上移开塑料膜。

10 试验步骤

10.1 样品容器中的所有内容物都要按照本标准的分析步骤来完成。因此,很有必要将装有过滤样品的容器和装有其他任何材料(如冲洗液)的容器分开放置。准备好清洁的、正确标记的样品容器,以便在迅速转移过滤后的样品时用,这样就可以把因污染造成样品其他性质的变化降到最小。

10.2 首先用含有洗涤剂(5.2)的热水(5.4)彻底洗涤样品容器顶部区域的外表面,再用自来水洗,然后用异丙醇(5.1)洗。弃去冲洗后的废液。

10.3 用力摇晃样品容器30 s±5 s。

10.4 打开样品容器的盖子,用冲洗液(5.3)冲洗掉盖子内部密封面处的任何污物,确保冲洗液不进入样品容器内。将冲洗液收集到清洁干燥的容器内,用塑料膜(6.12)盖上。

10.5 按图 2 安装好过滤仪器,放在通风橱内。

10.6 将样品容器中的样品倒入 500 mL 的量筒(6.13)中,记录试样体积,抽真空并分步将试样倒入过滤漏斗中进行过滤。

注:大多数样品能快速地被过滤。但是,有些样品由于颗粒物的量和/或性质影响,过滤中可能堵塞滤膜。如果过滤速度很慢,建议使用 100 mL 的量筒。

10.7 如果第一次倒入过滤漏斗中的试样过滤速度很快,重复 10.6 直到样品容器中的所有样品过滤完,测量已过滤试样的体积。

10.8 移开接收瓶,将过滤后的试样迅速装入清洁干燥的容器(10.1)中。

10.9 如果过滤速度很慢,以至于 100 mL 试样超过 10 min 才能完成过滤,记下已过滤的试样体积,按 10.8 操作后再按 10.10 操作。将第二组滤膜按 9.9 所述装在过滤仪器上,重复 10.6 和 10.7。重复次数按需要而定。

注:如果过滤速度很慢(10.6 注),建议减少每次倒入过滤漏斗中的试样量,以使过滤堵塞时滤膜上滞留的液体量最少。

10.10 如果过滤漏斗中的试样完全停止流动,此时滤膜上仍有液体,按 10.10.1 进行。如果液体流动速度比 10.9 的要求还慢,但滤膜上的液体已过滤完,按 10.10.2 进行。

10.10.1 将接收瓶与真空系统断开,小心的移开过滤漏斗并保持垂直。用第二组(或更多)已装配好的带有一对称过质量的滤膜的漏斗代替接收瓶上的第一组漏斗。小心地将第一组漏斗中滤膜上的液体倒入第二组漏斗中。重新连接真空系统,继续过滤。将第一组过滤漏斗安装在另外的接收瓶上,按 10.10.2 进行。

10.10.2 用另一只接收瓶(不需要有相同标准的清洁度)代替原接收瓶,用冲洗液彻底冲洗漏斗的内壁和滤膜托板相连的表面。继续抽真空,小心地卸下漏斗的上部,用一束缓缓的冲洗液从边向内冲洗滤膜的边缘,注意不要把滤膜表面上的颗粒物冲掉。继续抽真空直到洗涤结束后 10 s~15 s 或直到所有的冲洗液从滤膜上除去。

用清洁的镊子(6.5)小心地从滤膜托板上取下测试滤膜和控制滤膜,放在清洁的培养皿中,按 9.5~9.7 干燥和称量。注意不要扰动试验滤膜表面上的颗粒物。

10.11 样品容器中的所有内容物过滤完后,记录已过滤试样的体积,用另外一只接收瓶(不需要有相同标准的清洁度)代替原接收瓶,用冲洗液(5.3)彻底地冲洗样品容器和量筒。每个容器冲洗 3 次,每次用量 25 mL,确保容器中的颗粒物都清洗掉,倾倒冲洗液并通过过滤漏斗。10.4 得到的冲洗液也要通过过滤漏斗,并用一份 25 mL 冲洗液清洗该容器,冲洗液也要通过过滤漏斗。卸下装置,倒出洗液。按 10.10.2 干燥和称量。

11 计算

按式(1)计算试样中颗粒物含量 $P(\text{g}/\text{m}^3)$ 。

$$P = \frac{(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)}{V} \times 10^6 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——试样过滤前测试滤膜质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——试样过滤后测试滤膜质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——试样过滤前控制滤膜质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——试样过滤后控制滤膜质量的数值,单位为克(g);

V ——已过滤试样总体积的数值,单位为毫升(mL)。

12 结果表述

报告试样的颗粒物含量(g/m^3),精确至 $0.1 \text{ g}/\text{m}^3$ 。同时还需报告试验过程中已过滤试样的总体

积(mL)。如果使用一组以上的滤膜,也要将使用滤膜的组数在括号中标明。

报告格式为:

颗粒物含量(g/m³)/已过滤试样总体积(mL)(滤膜组数) 14.2/985(3)

13 精密度

13.1 总则

本标准的精密度是由实验室间测试结果统计分析确定的,表述如下(95%的置信水平)。

13.2 重复性(r)

同一操作者,在同一实验室使用同一仪器,按照方法规定的步骤,对同一试样进行测定的两个结果之差,不应超出式(2)计算值。重复性典型值见表1。

$$r = 0.689 4X^{0.5} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X---两个结果的平均值。

13.3 再现性(R)

不同操作者,在不同实验室,按照方法规定的步骤,对同一试样进行测定的两个独立的试验结果之差,不应超出式(3)计算值。再现性典型值见表1。

$$R = 1.133X^{0.5} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X---两个结果的平均值。

表1 精密度典型值

单位为克每立方米

平均值	0.3	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0	25.0
重复性 r	0.4	0.7	1.0	1.5	2.2	3.0	3.4
再现性 R	0.6	1.1	1.6	2.5	3.6	5.1	5.7

www.docin.com
中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
中间馏分燃料颗粒物含量的测定
实验室过滤法
GB/T 21452—2008

*

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 13 千字

2008年4月第一版 2008年4月第一次印刷

*

书号:155066·1-31164 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



GB/T 21452—2008