ICS 77.120
H 21

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8643—2002
代替 GB/T 8643—1988

# 含润滑剂金属粉末中润滑剂含量的测定 修正的索格利特(Soxhlet)萃取法

**Lubricated metal-powder mixes—Determination of lubricant content—Modified Soxhlet extraction method**

(ISO 13944:1996(E),IDT)

2002-08-23 发布　　2003-03-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

需要全本请访问 www.ertongbook.com

# 前　言

本标准是根据 ISO 13944:1996《含润滑剂金属粉末中润滑剂含量的测定　修正的索格利特(Soxhlet)萃取法》对 GB/T 8643—1988《含润滑剂金属粉末中润滑剂含量的测定　索格利特(Soxhlet)萃取法》进行修订的,在技术内容上与该国际标准等同。

本标准对 GB/T 8643—1988 作了部分修改:

——对标准名称进行了修改,在"索格利特"前增加了"修正的"三个字;

——本标准增加了 5.1 节"在放入试样前,应对仪器作空白试验,并记录空白值"。

——本标准在测量和计算上与原标准有本质差别,原标准是测量烧瓶在萃取前后的质量变化,实质是测量烧瓶因溶剂萃取了润滑剂所增加的质量。原标准方法因要烘干烧瓶中溶剂,操作烦琐,耗费时间长,测试精度低,而本标准方法是直接测量试样在萃取前后的质量变化,实质上是测量试样因润滑剂被溶剂萃取所损失的质量,该方法简化了操作过程,缩短了测试时间,提高了测试精度。

本标准自实施之日代替 GB/T 8643—1988。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准起草单位:北京钢铁研究总院。

本标准主要起草人:汪俊琴、李红云、李玉莲、李忠全。

# ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是由各国标准化团体(ISO 成员团体)组成的世界性联合会。制定国际标准的工作通常由 ISO 的技术委员会完成,各成员团体若对技术委员会确定的项目感兴趣,均有权参加该委员会的工作。与 ISO 保持联系的各国际组织(官方的或非官方的)也可参加有关工作。在电工技术标准化方面,ISO 与国际电工委员会(IEC)保持密切合作关系。

由技术委员会通过的国际标准草案提交各成员团体表决,需取得至少 75%参加表决的成员团体的同意,才能作为国际标准正式发布。

ISO 13944 由 ISO/TC119/SC2 粉末冶金技术委员会粉末(不包括硬质合金)取样和试验方法分技术委员会制定。

本标准代替 ISO 4495:1978。

# 含润滑剂金属粉末中润滑剂含量的测定 修正的索格利特(Soxhlet)萃取法

## 1 范围

本标准规定了一种含润滑剂金属粉末中润滑剂含量的测定方法。这种方法也适用于测定元素含量,例如石墨和氧,其测定值可排除因存在润滑剂而受到的干扰。

应用此方法的条件是:用于萃取润滑剂的适宜溶剂已知并易于得到。

## 2 原理

用适宜的溶剂把润滑剂从称量好的试料中萃取出来,萃取后,再称量试料样,计算损失的质量百分比,即是被萃取出的润滑剂的含量。

萃取后的试料,可以用来测定在没有润滑剂的影响下,其他成分的含量。

## 3 装置和试剂

3.1 分析天平,能够称量装有试样的烧结玻璃过滤坩埚(见 3.2.3),精确到 1 mg。

3.2 索格利特装置,如图 1 所示,磨口处不得涂油脂,由下列部件组成:

a) 球状冷凝器。

b) 索格利特萃取器,容积 150 mL～200 mL。

c) 烧结玻璃过滤坩埚(孔径分级 P160[1)],滤纸(滤过速度 1 000 mL/min),玻璃棉和有一定长度的玻璃管(直径 30 mm,长度满足 5.3 中所提的要求)。

如果试样的润滑剂含量小于 0.5%,以上的器具都应在使用前用溶剂(见 3.3)冲洗一遍。

d) 圆底烧瓶,容积 500 mL,内含助沸物。

e) 加热罩,具有足够的功率,能够以不小于 25 mL/min 的速度蒸发溶剂。

3.3 有机溶剂,适合萃取所含的润滑剂,例如甲苯和石油醚。

注意:吸入甲苯之类的有机溶剂的蒸气是有害的。

## 4 试样

4.1 取两份试样进行测定。

4.2 通常,粉末按接收状态进行试验。

4.3 如果润滑剂含量小于等于 2%,每份试料质量约为 50 g;如果润滑剂含量大于 2%,每份试料的质量约为 25 g。

## 5 步骤

5.1 在放入试样前,应对仪器作空白试验,并记录空白值。

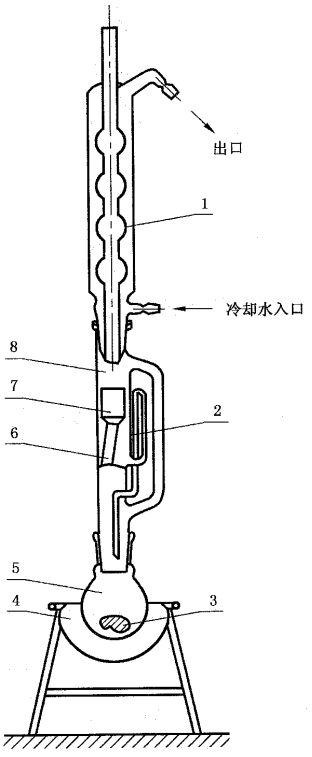
5.2 把滤纸和玻璃棉塞放入过滤坩埚中,称重($m_1$),精确到 1 mg。

5.3 试料放在坩埚底部的滤纸上,用玻璃棉塞塞好,称其总重($m_2$),精确到 1 mg。

5.4 把坩埚及其盛装物放入索格利特萃取器中,用玻璃管支起坩埚使其上沿与虹吸管的上弯持平。

1) 见国家标准 GB/T 11415,实验室烧结(多孔)过滤器孔径、分级和牌号。

5.5 在圆底烧瓶中注入大约 300 mL 的溶剂，并与索格利特萃取器相连接，如图 1 所示。




1——球状冷凝器；
2——虹吸管；
3——助沸物；
4——加热罩；
5——圆底烧瓶；
6——玻璃管；
7——烧结玻璃过滤坩埚；
8——索格利特萃取器。

图 1 索格利特装置

5.6 加热溶剂到沸点。在此，建议做一个预备试验，以确定对于给定的粉末-溶剂组合完成萃取所需的最短时间，通常这段时间不超过 30 min。例如，对于含 0.8%硬质酸锌的粉末，用甲苯做溶剂，要完成一个萃取周期只需 10 min～20 min。这个预备试验中所确定的时间可以更进一步地应用到相同粉末-溶剂组合的其他试验中。

5.7 萃取结束后，把坩埚及其盛装物从索格利特萃取器上移开，并在蒸发皿上吸干。然后装入新溶剂，再吸干。最后把坩埚装满乙醚(确保坩埚及其盛装物的温度低于 30℃，以防止着火)，然后再吸干，让残余乙醚在 15 min 内蒸发掉，以防止着火。此后，把坩埚放置在 110℃的烘干箱内保持 30 min。

5.8 在干燥器内冷却后，称坩埚及其盛装物的质量($m_3$)，精确到 1 mg。

5.9 用小勺舀出萃取后剩下的粉末混合物试样，以备粉末中其他组分的测定之用(例如：可利用国际标准 ISO 4491 中描述的测定碳或氧的方法之一来测定石墨的含量)。

需要全本请访问 www.ertongbook.com

## 6 结果表达式

6.1 润滑剂含量用质量百分数表示，由式(1)给出：

$$m_0(\%) = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

$m_0$——润滑剂的百分含量，单位为克(g)；

$m_1$——坩埚、滤纸和玻璃棉塞的质量，单位为克(g)；

$m_2$——坩埚、滤纸、玻璃棉塞和试样的质量，单位为克(g)；

$m_3$——萃取后坩埚及其盛装物的质量，单位为克(g)。

6.2 两个测定值之间的误差不得超过0.1%。如果超过0.1%，则舍弃结果，重新做出两个新试样的测定值。

6.3 报出两个测定值的算术平均值，并修约到0.05%。

## 7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a) 本标准号；

b) 鉴定试样的详细说明；

c) 所用的溶剂；

d) 萃取时间；

e) 计算结果；

f) 本标准未规定的或任选的各种操作；

g) 可能影响结果的任何情况；

h) 试验日期。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
含润滑剂金属粉末中润滑剂含量的测定
修正的索格利特(Soxhlet)萃取法
GB/T 8643—2002
*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
*
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 10 千字
2002年12月第一版 2002年12月第一次印刷
印数 1—2 000
*
书号:155066·1-18969 定价 8.00 元
网址 www.bzcbs.com
*
科 目 625—511

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

GB/T 8643-2002