

1998

石油和石油产品
试验方法
国家标准汇编
(下)

中国标准出版社



石油和石油产品试验方法 国家标准汇编

(下)

石油产品标准化技术归口单位 编

中国标准出版社

1998

图书在版编目(CIP)数据

石油和石油产品试验方法国家标准汇编(下)/石油
产品标准化技术归口单位编. —北京:中国标准出版社,
1998. 5

ISBN 7-5066-1603-3

I. 石… II. 石… III. ① 石油-试验-方法-国家标准-汇
编-中国② 石油产品-试验-方法-国家标准-汇编-中国 IV
. TE622-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(98) 第 03732 号

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:68522112

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

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 43 $\frac{3}{4}$ 字数 1 396 千字

1998 年 4 月第一版 2001 年 11 月第三次印刷

*

印数 6 001—8 000 定价 94.00 元

出 版 说 明

有关石油和石油产品试验方法国家标准的汇编自 1989 年出版后一直未出新版。近十年来,原国家标准经过清理整顿后均有所变动,且又修订了部分标准,并且还增加了一批新制定的标准。为了适应当前改革开放和市场经济的形势,满足各石油和石油产品生产、使用、科研和教学单位及个人使用的迫切需要,石油产品标准化技术归口单位组织编辑了此《石油和石油产品试验方法国家标准汇编》。

本汇编分上、下两册,共收录了截止到 1997 年底批准发布的石油和石油产品试验方法国家标准 165 项、国家军用标准 11 项,其中,下册含 77 项国家标准,11 项国家军用标准。因受篇幅限制,国家标准 GB/T 1885—83(91)《石油计量换算表》和 GB/T 2541—81(88)《石油产品粘度指数算表》未收入本汇编中。

鉴于本汇编收录的标准发布年代不尽相同,所用计量单位、符号未做改动。

本汇编全面系统地反映了石油和石油产品试验方法国家标准的最新情况,可为使用者提供最新的标准信息,为石油和石油产品的生产、使用、科研及贸易提供标准方法依据。

本汇编经各归口单位审阅,如有疏漏之处,恳请指正。

石油产品标准化技术归口单位

1998 年 1 月

目 录

GB/T 6986—86(91)*	石油浊点测定法	1
GB/T 7304—87	石油产品和润滑剂中和值测定方法(电位滴定法)	4
GB/T 7305—87	石油和合成液抗乳化性能测定法	11
GB/T 7325—87	润滑脂和润滑油蒸发损失测定法	14
GB/T 7326—87	润滑脂铜片腐蚀试验法	20
GB/T 7363—87	石蜡中稠环芳烃试验法	27
GB/T 7364—87	石蜡易炭化物试验法	36
GB/T 8017—87	石油产品蒸气压测定法(雷德法)	40
GB/T 8018—87	汽油氧化安定性测定法(诱导期法)	49
GB/T 8019—87	车用汽油和航空燃料实际胶质测定法(喷射蒸发法)	57
GB/T 8020—87	汽油铅含量测定法(原子吸收光谱法)	65
GB/T 8021—87	石油产品皂化值测定法	68
GB/T 8022—87	润滑油抗乳化性能测定法	74
GB/T 8023—87	液体石油产品粘度温度计算图	85
GB/T 8024—87	石油蜡和石油脂微量氮测定法(微库仑法)	94
GB/T 8025—87	石油蜡和石油脂微量硫测定法(微库仑法)	103
GB/T 8026—87	石油蜡和石油脂滴熔点测定法	112
GB/T 8030—87	润滑油现场检验法	114
GB/T 8120—87	高纯正庚烷和异辛烷纯度测定法(毛细管色谱法)	124
GB/T 8925—88	汽油铅含量测定法(X射线光谱法)	134
GB/T 8926—88	用过的润滑油不溶物测定法	138
GB/T 8927—88	石油和液体石油产品温度测量法	145
GB/T 8928—88	石油沥青比重和密度测定法	160
GB/T 8929—88	原油水含量测定法(蒸馏法)	163
GB/T 9168—1997	石油产品减压蒸馏测定法	170
GB/T 9169—88	喷气燃料热氧化安定性测定法(JFTOT法)	200
GB/T 9170—88	润滑油及燃料油中总氮含量测定法(改进的克氏法)	227
GB/T 9171—88	发动机油边界泵送温度测定法	231
GB/T 9932—88	内燃机油性能评定法(开特皮勒 1H2 法)	237
GB/T 9933—88	内燃机油性能评定法(开特皮勒 1G2 法)	266
GB/T 11079—89	白色油易炭化物试验法	295
GB/T 11081—89	白色油紫外吸光度测定法	299

* 表示该标准在括号里的年代进行了确认,但未重新出版。

GB/T 11126—89	汽油溶剂四乙基铅试验法	302
GB/T 11127—89	汽油铅含量测定法(一氯化碘法)	304
GB/T 11128—89	喷气燃料辉光值测定法	308
GB/T 11129—89	喷气燃料水分离指数测定法	315
GB/T 11130—89	煤油燃烧性测定法	329
GB/T 11131—89	石油产品总硫含量测定法(灯法)	334
GB/T 11132—89	液体石油产品烃类测定法(荧光指示剂吸附法)	349
GB/T 11133—89	液体石油产品水含量测定法(卡尔·费休法)	357
GB/T 11134—89	烃类溶剂贝壳松脂丁醇值测定法	362
GB/T 11135—89	石油馏分和工业脂肪族烯烃溴值测定法(电位滴定法)	365
GB/T 11136—89	石油烃类溴指数测定法(电位滴定法)	376
GB/T 11137—89	深色石油产品运动粘度测定法(逆流法)和动力粘度计算法	384
GB/T 11138—94	工业芳烃铜片腐蚀试验法	388
GB/T 11139—89	馏分燃料十六烷指数计算法	391
GB/T 11140—89	石油产品硫含量测定法(X射线光谱法)	394
GB/T 11142—89	绝缘油在电场和电离作用下析气性测定法	399
GB/T 11143—89	加抑制剂矿物油在水存在下防锈性能试验法	404
GB/T 11144—89	润滑油极压性能测定法(梯姆肯试验机法)	413
GB/T 11145—89	车用流体润滑剂低温粘度测定法(勃罗克费尔特粘度计法)	418
GB/T 11146—89	原油水含量测定法(卡尔·费休法)	430
GB/T 11147—89	石油沥青取样法	437
GB/T 11148—89	石油沥青溶解度测定法	441
GB/T 11964—89	石油沥青蒸发损失测定法	443
GB/T 12574—90	喷气燃料总酸值测定法	446
GB/T 12575—90	液体燃料油钒含量测定法(无火焰原子吸收光谱法)	449
GB/T 12576—1997	液化石油气蒸气压和相对密度及辛烷值计算法	453
GB/T 12577—90	冷冻机油絮凝点测定法	460
GB/T 12578—90	润滑油流动性测定法(U形管法)	466
GB/T 12579—90	润滑油泡沫特性测定法	470
GB/T 12580—90	加抑制剂矿物绝缘油氧化安定性测定法	478
GB/T 12581—90	加抑制剂矿物油的氧化特性测定法	488
GB/T 12582—90	液态烃类电导率测定法(精密静电计法)	498
GB/T 12583—90	润滑剂极压性能测定法(四球法)	503
GB/T 12709—91	润滑油老化特性测定法(康氏残炭法)	512
GB/T 13235.1—91	石油和液体石油产品 立式圆筒形金属油罐容积标定法(围尺法)	518
GB/T 13235.2—91	石油和液体石油产品 立式圆筒形金属油罐容积标定法(光学参比线法)	538
GB/T 13235.3—1995	石油和液体石油产品 立式圆筒形金属油罐容积标定法(光电内测距法)	562
GB 13236—91	石油用量油尺和钢围尺技术条件	570
GB/T 13287—91	液化石油气挥发性测定法	582
GB/T 13377—92	原油和液体或固体石油产品密度或相对密度测定法(毛细管塞比重瓶和带刻度 双毛细管比重瓶法)	586
GB/T 13894—92	石油和液体石油产品液位测量法(手工法)	598

GB/T 15181—94 球形金属罐容积标定法(围尺法)	605
GB/T 17039—1997 利用试验数据确定产品质量与规格相符性的实用方法	618
GB/T 17040—1997 石油产品硫含量测定法(能量色散 X 射线荧光光谱法)	630
GB/T 17144—1997 石油产品残炭测定法(微量法)	636
GJB 496—88 润滑油 232℃腐蚀测定法	645
GJB 497—88 航空润滑油铅腐蚀测定法	648
GJB 498—88 航空涡轮发动机润滑油泡沫特性测定法(静态泡沫试验)	651
GJB 499—88 航空涡轮发动机润滑剂腐蚀性和氧化安定性测定法	654
GJB 562—88 航空发动机润滑油相容性测定法	661
GJB 563—88 轻质航空润滑油腐蚀和氧化安全性测定法(金属片法)	664
GJB 962—90 润滑油痕量沉淀测定法	667
GJB 1264.1—91 航空涡轮发动机润滑油试验方法 热安定性和腐蚀性测定法	670
GJB 1264.2—91 合成酯类润滑剂试验方法 一元酸组成测定(气相色谱法)	674
GJB 1264.5—94 航空涡轮发动机润滑油试验方法 固体颗粒杂质测定法	679
GJB 1820—93 航空涡轮发动机用合成润滑油与硅橡胶相溶性测定法	684
附录 石油产品和润滑剂以及有关的国际标准(ISO)目录	689

石油浊点测定法

GB/T 6986—86
(1991 年确认)

Petroleum oils — Determination of cloud point

本方法适用于测定在40毫米层厚时透明、且浊点低于49℃的石油浊点。

浊点是在规定试验条件下,清澈、洁净的液体石油产品,由于出现蜡结晶而呈雾状或浑浊时的温度,以℃表示。

本方法是等效采用国际标准ISO 3015—1974《石油浊点测定法》制订的。

1 方法概要

以规定速度冷却试样,并定期观测,当在试管底部开始看到浑浊时的温度,记录为浊点。

2 仪器(见图)

2.1 试管:透明玻璃,圆筒状,平底,内径30~33.5毫米,高115~125毫米。试管刻有试样容积45毫升的标线,也允许刻有试样容积线 ± 3 毫米上、下限的标线。

2.2 温度计:分浸型,符合GB/T 514《石油产品试验用液体温度计技术条件》。

2.3 软木塞:其中间钻孔插试验用温度计,并与试管密接。

2.4 套管:玻璃或金属密封圆筒,平底,深约115毫米,内径大于试管外径9.5~12.5毫米。

2.5 垫片:软木或毛毡制,厚6毫米,直径与套管内径相同。

2.6 垫圈:环形,厚度约5毫米,紧接试管外侧,在套管内可以松动。可用软木、毛毡或其他合适的材料制成。该垫圈的弹性足以紧贴试管,硬度足能保持其形状,使用垫圈的目的是为了防止试管接触套管。

2.7 冷浴:形式应适于获得所需温度,形状和尺寸可任意选择,但必须有在垂直位置牢固地夹住套管的支架。供测定10℃以下的浊点,需要两个或两个以上的浴。所需的浴温可用致冷仪或适宜的冷冻剂获得。

3 试验步骤

3.1 将试样温度调到至少高于估计浊点14℃,用任一适宜方法脱水,直至试样完全清澈、洁净。

3.2 将清澈、洁净的试样倒入试管液位标线处,或按试管型式加到两刻线之间。

3.3 用带有试验温度计的软木塞紧塞试管。若预期浊点高于-38℃,选用高浊点和高倾点温度计;若预期浊点低于-38℃,则用低浊点和低倾点温度计。调整软木塞和温度计的位置,使软木塞塞紧,温度计和试管同一轴线,而温度计感温泡放置在试管底部之上。

注:由于温度计偶尔会出现断线,不能立即检查出来,故建议试验前要检查温度计的冰点,如发现温度计所示的冰点不是0℃,且高于1℃,则应重新校正。

3.4 将垫片放入套管底部,放环形垫圈于试管周围离底25毫米处。垫片、垫圈和套管内、外侧均应洁净、干燥,将试管插入套管内。

3.5 冷浴温度保持在-1~2℃,将带有试管的套管置于冷浴垂直位置,使套管露出冷却介质不高于25毫米。

3.6 每当看到试验温度计读数下降1℃时,在不搅动情况下,迅速将试管取出,观察浊点,然后再放回套管。完成这一操作必须不超过3秒钟。当试样冷却至10℃还未显示浊点,则将试管移入温度保

持在 $-18\sim-15^{\circ}\text{C}$ 的第二个浴的套管中。若试样被冷却至 -7°C 还未显示浊点，则将试管移入温度保持在 $-35\sim-32^{\circ}\text{C}$ 的第三个浴的套管中。

为了测定很低的浊点，需加几个浴，每个浴温要比前一个浴温保持低 17°C ，每次要待试样温度比新浴温度高 28°C 时，才转移试管。决不要将冷试管直接放入冷却介质中。

3.7 当开始看到试管底部试样显示明显的浑浊或雾状时，记录试验温度计读数作为浊点。

注：蜡变浑浊或雾状总是最先出现在温度最低的试管底部。而通常由于油中含有痕量水，轻微的雾状会遍及整个试样，且随着温度下降，慢慢会变成更明显。一般来说，此种水雾不干扰蜡浊点的测定，若有干扰，多数按3.1所述，用不起毛滤纸过滤即可。若遇柴油出现的雾状甚浓，则应取100毫升新鲜试样和5克无水硫酸钠，摇动至少5分钟，并使用不起毛的干燥滤纸过滤，只要时间足够，用此方法将可脱除或足以减少水雾，使易于看出蜡浑浊。除预期浊点高于 35°C 以外，应总是在高于估计浊点至少 14°C 的温度下进行脱水 and 过滤，且不超过 49°C 。

4 精密度

4.1 用下列规定判断试验结果的可靠性（95%置信水平）。

4.2 重复性

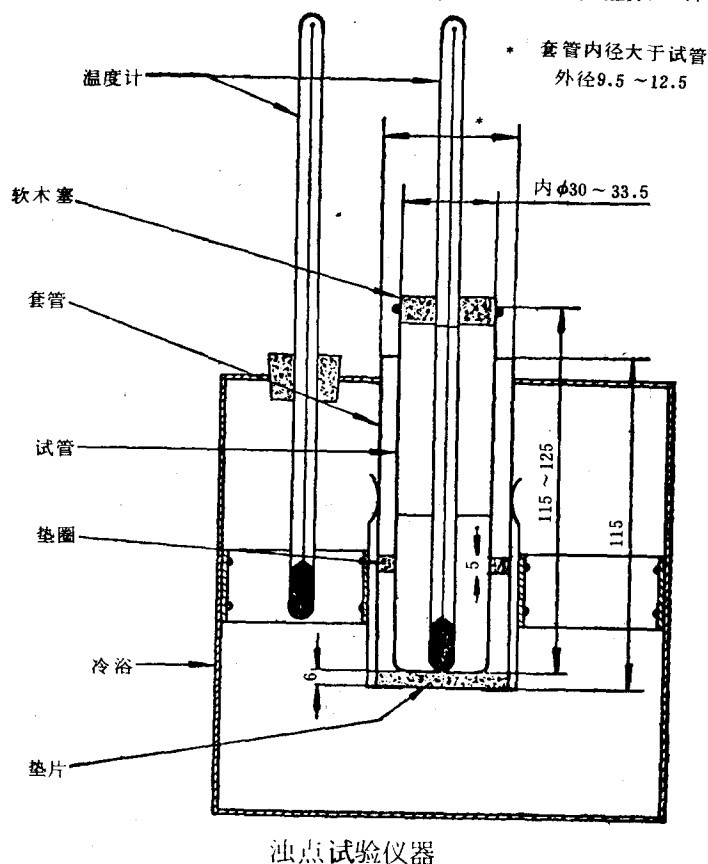
同一操作者重复测定两个结果之差，馏分油不应大于 2°C ，其他油不应大于 6°C 。

4.3 再现性

两个实验室提出的两个结果之差，馏分油不应大于 4°C ，其他油不应大于 6°C 。

5 报告

取3.7所记录的两个重复测定结果的算术平均值（按数字修约规则取整数）作为浊点。



附加说明:

本标准由中国石油化工总公司提出，由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由茂名石油工业公司负责起草。

本标准主要起草人向光如、岑运骐。

中华人民共和国国家标准

石油产品和润滑剂中和值测定方法 (电位滴定法)

UDC 665.52:543.219

Petroleum products and lubricants—
Determination of neutralization number—
Potentiometric titration method

GB/T 7304—87

本方法适用于测定石油产品和润滑剂(包括合成油)以及添加剂中的酸性或碱性组分。将这些酸性或碱性组分分为强酸和弱酸,强碱和弱碱离子组分,其中强酸或强碱性化合物的离解常数至少是弱酸或弱碱性化合物离解常数的1000倍。

新油或使用过的油品中,酸性组分包括有机酸、无机酸、酯类、酚类化合物、内酯、树脂以及重金属盐类、胺盐和其他弱碱的盐类、多元酸的酸式盐、以及某些抗氧和清净添加剂。同样碱性组分包括有机碱、无机碱、胺化物、弱酸的盐类(皂化物)、多元碱的碱式盐、重金属盐以及某些抗氧和清净添加剂。

本方法可以表示油品在使用期间,经过氧化后的相对变化,而不能直接地提供油品的绝对酸性或碱性,所测得的酸、碱值与磨损或腐蚀之间无一定的关系。

注:用电位滴定方法测得的酸或碱值的结果和用GB/T 4945《石油产品和润滑剂中和值测定法(颜色指示剂法)》所测得的结果可能相等,也可能不相等。

1 定义

1.1 总酸值:中和1克试样中全部酸性组分所需要的碱量。以毫克KOH/克表示。

1.2 强酸值:中和1克试样中强酸性组分所需要的碱量。以毫克KOH/克表示。

1.3 总碱值:中和1克试样中全部碱性组分所需要的酸量,换算为等当量的碱量。以毫克KOH/克表示。

1.4 强碱值:中和1克试样中强碱性组分所需要的酸量,换算为等当量的碱量,以毫克KOH/克表示。

2 方法概要

试样溶解在含有少量水的甲苯异丙醇混合物中,在用玻璃电极和甘汞电极的电位滴定仪器上,用氢氧化钾或盐酸的异丙醇溶液滴定,以电位计读数对滴定剂体积作图。如图1,取曲线的突跃点为滴定终点。当无明显的突跃点时,终点为非水碱性或酸性缓冲溶液在电位计上相应的电位值读数。

3 测定意义

新的或使用后的油品,由于氧化生成的加成和分解产物,含有酸或碱性组分,本方法可以测定其相对变化。该酸或碱值指标可用于控制润滑油质量,有时也可用于润滑油使用过程中消耗的计量,但作为润滑油报废指标仍是经验值。

由于氧化会引起酸值的增长,同时又引起酸的腐蚀性变化,但酸值与金属腐蚀两者之间无一定关系。内燃机油通常具有酸值也有碱值。

国家标准局1987-02-26批准

1987-10-01实施

4 仪器与材料

4.1 仪器

4.1.1 电位滴定仪: ZD-1 型或 ZD-2 型或 PHS-2 型酸度计, 或其他同等性能仪器。

4.1.2 玻璃电极: 231 型。

4.1.3 甘汞电极: 232 型。

4.1.4 滴定管: 10, 25 毫升。

4.1.5 微量滴定管: 2, 5 毫升。

4.1.6 烧杯: 50, 150 毫升。

4.1.7 量筒: 10, 100, 250 毫升。

4.1.8 容量瓶: 1 升。

4.2 材料

滤纸、脱脂棉、镊子。

5 试剂

除另有说明外, 全部试验用的试剂均为分析纯试剂。水均为蒸馏水。

5.1 盐酸: 比重 1.19。

5.2 氢氧化钾。

5.3 氯化钾。

5.4 异丙醇: 符合 HG 3—1167《异丙醇》质量要求。

5.5 2,4,6-三甲基吡啶[(γ -可力丁), $(\text{CH}_3)_3\text{C}_5\text{H}_2\text{N}$]应符合下列要求:

沸点: 168~170℃;

折光指数: $N_D^{20} 1.4980 \pm 0.0005$;

颜色: 无色。

注: 2,4,6-三甲基吡啶(γ -可力丁), 是有毒物。严防入口、吸入或溅在皮肤上及眼睛内。使用时应在通风橱内进行, 并戴好防护眼镜、手套、围裙或防毒面具。试剂应存放在装有经活化的三氧化二铝的棕色瓶中。

5.6 间硝基酚($\text{NO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$)应符合下列要求:

熔点: 96~97℃;

颜色: 浅黄色。

注: 间硝基酚有毒, 防护措施及存放同 5.5 中注。

5.7 甲苯

注: 甲苯是有毒物, 使用时应在通风橱中进行。

5.8 邻苯二甲酸氢钾: 基准试剂。

5.9 碳酸钠: 基准试剂。

6 试验准备

6.1 滴定溶剂: 500 毫升甲苯和 5 毫升水加到 495 毫升的异丙醇中, 混合均匀。

6.2 氢氧化钾异丙醇标准溶液(0.1 摩[尔]/立方分米): 称取 6 克固体氢氧化钾加入 1 升异丙醇中, 微沸 10 分钟, 将溶液静止两天, 然后将上层清液吸出, 溶液存在耐化学腐蚀瓶中。为了避免空气中二氧化碳干扰, 可装碱石棉或碱石灰干燥管。标定时将邻苯二甲酸氢钾溶于无二氧化碳水中, 用指示剂法确定终点(见 SH/T 0079《石油产品试验用试剂溶液配制方法》)。该溶液应经常标定以检测出 0.0005 摩[尔]/立方分米的变化。

6.3 氢氧化钾异丙醇标准溶液(0.2 摩[尔]/立方分米): 称取 12~13 克固体氢氧化钾, 溶在 1 升异丙

醇中,制备与贮存,标定与本方法 6.2 相同。

6.4 盐酸异丙醇标准溶液(0.1 摩[尔]/立方分米):取 9 毫升盐酸(比重 1.19)与 1 升异丙醇混合。用碳酸钠基准物质标定或用 0.1 摩[尔]/立方分米氢氧化钾异丙醇溶液标定(见 SH/T 0079)。经常标定以检测出 0.0005 摩[尔]/立方分米的变化。

6.5 盐酸异丙醇标准溶液(0.2 摩[尔]/立方分米):取 18 毫升盐酸(比重 1.19)与 1 升异丙醇混合。标定与本方法 6.4 相同。

6.6 氯化钾电解液:制备饱和氯化钾水溶液。

6.7 pH4.00 缓冲溶液:称取邻苯二甲酸氢钾 10.21 ± 0.01 克,溶于新鲜蒸馏水中,稀释至 1 升。

6.8 pH9.18 缓冲溶液:称取硼砂 3.80 克,溶于蒸馏水,并稀释至 1 升。

6.9 缓冲溶液母液 A:准确称取 24.2 ± 0.1 克的 2,4,6-三甲基吡啶(γ -可力丁),并移至已加有 100 毫升异丙醇的 1 升容量瓶中,用 1 升量筒量取 $\frac{150}{M_1} \pm 5$ 毫升的 0.2 摩[尔]/立方分米盐酸异丙醇标准溶液(M_1 是已标定的准确摩尔浓度),在不断摇动下加入容量瓶中,用异丙醇稀释到容量瓶的刻度,混合均匀。使用期为两周。

6.10 缓冲溶液母液 B:准确称取 27.8 ± 0.1 克的间硝基酚,并加到已加有 100 毫升异丙醇的 1 升容量瓶中。用 250 毫升的量筒量取 $\frac{50}{M_2} \pm 1$ 毫升 0.2 摩[尔]/立方分米氢氧化钾异丙醇标准溶液(M_2 是已标定的准确摩尔浓度)在不断摇动下加入容量瓶中,再用异丙醇稀释至容量瓶刻度,混合均匀。使用期为两周。

6.11 非水酸性缓冲溶液:用 10 毫升缓冲溶液母液 A 加入到 100 毫升滴定溶剂中。在 1 小时内使用。

6.12 非水碱性缓冲溶液:用 10 毫升缓冲溶液母液 B 加到 100 毫升滴定溶剂中。在 1 小时内使用。

6.13 电极系统的准备

6.13.1 电极的维护

6.13.1.1 玻璃电极:新的玻璃电极应在蒸馏水中浸泡 24 小时后方可使用。试验后的电极应该用溶剂、水洗净、浸泡在蒸馏水中备用。当玻璃电极连续使用一周后,若电极的球表面被污染,可将电极浸泡在冷的铬酸洗液中,然后取出用水洗净,再浸泡在蒸馏水中备用。

注:铬酸洗液危险,易引起严重烧伤,是强氧化剂,吸湿剂和有毒物质。

6.13.1.2 甘汞电极:甘汞电极内的氯化钾电解液要保持规定的高度,不用时应将两个橡皮套套上,连续试验一周后,应将氯化钾电解液清洗掉,换新的氯化钾电解液。

注:电极清洗一定要彻底,否则试验时,残留在电极球表面上的杂质,会引起液体的接触电位,从而导致试验结果产生偏差,尤其对滴定曲线无拐点的试样影响更显著。

6.13.2 电极电位的测定

新的电极,久用的和新装的电极都应测定电极电位(电动势)。测定方法如下:

先将清洁的电极插入 pH4.00 缓冲溶液或非水酸性缓冲溶液中,仪器旋钮放在电动势测量档上,进行电动势测定(详细步骤见仪器说明书)。然后,用蒸馏水洗净,并用滤纸擦干。再将电极放入有 100 毫升滴定溶剂和 1.0~1.5 毫升 0.1 摩[尔]/立方分米氢氧化钾异丙醇标准溶液的烧杯中,搅拌后,测其电动势,以上两种溶液测得电动势之差,要大于 480 毫伏。

6.14 仪器的校准

6.14.1 将仪器电源接通,稳定半小时后,方可进行测定。

6.14.2 用 pH4.00 和 pH9.18 缓冲溶液,按电位滴定仪器说明书进行仪器校准。

6.14.3 非水缓冲溶液电位值确定,目的是当滴定曲线无拐点时或无明显拐点时,为了确保终点的可比性,通常就以新配制的非水酸性或碱性缓冲溶液电位值而定。

注:不同的玻璃电极,由于对氢离子活度的敏感性不同,所以每个电极系统测定的非水缓冲溶液的电位值是会有差异的,可以根据所测定的电位值选择酸或碱值的终点。

6.14.4 把按 6.13.1 所述处理好的电极,放在非水缓冲溶液中,搅拌 5 分钟,该溶液温度与滴定试样的温度差不能大于 2℃。读取此溶液电位值,该值就作为无拐点滴定曲线的滴定终点。

7 试验步骤

7.1 使用过的试样处理

7.1.1 因为试样中的沉淀物往往有酸性或碱性的物质,或者吸附了试样中的酸性或碱性物质,所以取样时应该严格遵守取样规程,否则所取的试样会给结果带来很大的偏差。

注:当试样在贮存中有明显变化时,从润滑系统采取试样后,应立即进行试验,并注明采取试样和试验日期。

7.1.2 为使容器中样品的沉淀物全部悬浮起来,应将容器加热到 $60 \pm 5^\circ\text{C}$ 。如果容器中样品量超过容器体积的 3/4 时,应转移样品至清洁的玻璃瓶中,该瓶的容积至少要比样品的体积大 1/3。在样品转移时,应猛烈地摇动使得原容器中的沉淀物全部转移出来。

注:当样品无明显的沉淀物时,所述的加热步骤可以省略。

7.1.3 为了除去油中污染的颗粒物,当样品中沉淀物全部悬浮起来后,把部分或全部试样通过 100 目筛网过滤,以除去大颗粒的污染物。

7.2 总酸值和强酸值试验步骤

7.2.1 在 150 毫升的烧杯中,按表 1 的规定称取试样。

在烧杯中加入 100 毫升滴定溶剂,放在电位滴定仪器上,进行搅拌使试样完全溶解。

注:在溶解某些重质沥青、残渣物时,可用三氯甲烷代替甲苯。

表 1 试样的称样量

酸值或碱值,毫克 KOH/克	试样量,克	称量的精度,克
0.05~0.9	20.0 ± 2.0	0.10
1.0~4.9	5.0 ± 0.5	0.02
5~19	1.0 ± 0.1	0.005
20~99	0.25 ± 0.02	0.001
100~250	0.1 ± 0.01	0.0005

7.2.2 记录电位计最初读数。在搅拌下用 0.1 摩尔/立方分米氢氧化钾异丙醇溶液滴定,以 0.2 毫升/分的滴定速度进行滴定。当滴定溶液每增加 0.1 毫升时,电位值变化在 30 毫伏(相当于 0.6pH)时,滴定速度要减慢至 0.05 毫升/分,以此速度滴定至电位突跃或非水碱性缓冲溶液电位值。

注:当滴定溶液每增加 0.1 毫升,引起电位变化大于 30 毫伏时,认为此范围为电位突跃。电位滴定曲线如图所示。

7.2.3 滴定完毕,用溶剂将电极洗净,再将电极浸泡在蒸馏水中备用。

7.2.4 空白试验:同 7.2.2 步骤,做 100 毫升滴定溶剂的空白值。

7.3 总碱值和强碱值试验步骤

7.3.1 将 6.9 配制的非水酸性缓冲溶液,放在电位滴定仪器上,搅拌 5 分钟,读取电位值。

7.3.2 操作同 7.2.1 和 7.2.2 所述,但是用 0.1 摩尔/立方分米盐酸异丙醇标准溶液滴定。

7.3.3 空白试验:同 7.3.2 步骤。

8 计算

8.1 如果某个试样最初电位值在两个非水缓冲溶液电位值之间,则此试样有弱酸值或弱碱值。如果最初电位值比非水碱性缓冲溶液的碱性还强,说明这个试样就可能含有强的和弱的碱性混合物。如果最初电位值比非水酸性缓冲溶液的酸性还强,说明这个试样就可能含有强的和弱的酸性混合物。

8.2 所有使用过的油的试样的滴定终点,都是分别以非水酸性或碱性缓冲溶液定点。

8.3 试样的总酸值或强酸值(毫克 KOH/克)按式(1)、(2)计算:

$$\text{总酸值} = \frac{(A-B) \times M \times 56.1}{W} \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{强酸值} = \frac{(C \cdot M + D \cdot m) \times 56.1}{W} \dots\dots\dots (2)$$

式中：A——滴定试样到终点或非水碱性缓冲溶液电位值时，所用的 0.1 摩[尔]/立方分米氢氧化钾异丙醇标准溶液体积，毫升；

B——相应的空白值，毫升；

M——氢氧化钾异丙醇标准溶液摩尔浓度，摩[尔]/立方分米；

m——盐酸异丙醇标准溶液摩尔浓度，摩[尔]/立方分米；

W——试样的重量，克；

C——滴定试样到终点或非水酸性缓冲溶液电位值时，消耗的氢氧化钾异丙醇标准溶液体积，毫升；

D——相应 C 的终点滴定空白溶剂所用的盐酸异丙醇标准溶液体积，毫升。

8.4 试样的总碱值和强碱值(毫克 KOH/克)，按式(3)、(4)计算：

$$\text{总碱值} = \frac{(E-F) \times M \times 56.1}{W} \dots\dots\dots (3)$$

$$\text{强碱值} = \frac{(G \cdot M + H \cdot m) \times 56.1}{W} \dots\dots\dots (4)$$

式中：E——滴定试样到终点或非水酸性缓冲溶液电位值时，所消耗的盐酸异丙醇标准溶液的体积，毫升；

F——相应 E 的空白值，毫升；

M——盐酸异丙醇标准溶液的摩尔浓度，摩[尔]/立方分米；

m——氢氧化钾异丙醇标准溶液的摩尔浓度，摩[尔]/立方分米；

W——试样的重量，克；

G——滴定试样至终点或非水碱性缓冲溶液电位值时，所用盐酸异丙醇标准溶液的体积，毫升；

H——相应 G 终点空白值，所用氢氧化钾异丙醇标准溶液的体积，毫升。

9 精密度

用以下规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

9.1 酸值

9.1.1 重复性：同一操作者连续两次重复测定所得结果与其平均值的差值，不应大于表 2 所列数值。

9.1.2 再现性：两个实验室测定所得结果与其平均值的差值，不应大于表 2 所列数值。

表 2 酸值测定的精密度

试 样	以突跃点定终点的 新油和添加剂		以非水缓冲溶液定终点的 使用过的油	
	重复性	再现性	重复性	再现性
平均值的百分数	7	20	5	39

9.2 碱值

9.2.1 重复性：同一操作者，两次重复测定所得结果与平均值的差值，不应大于表 3 所列数值。

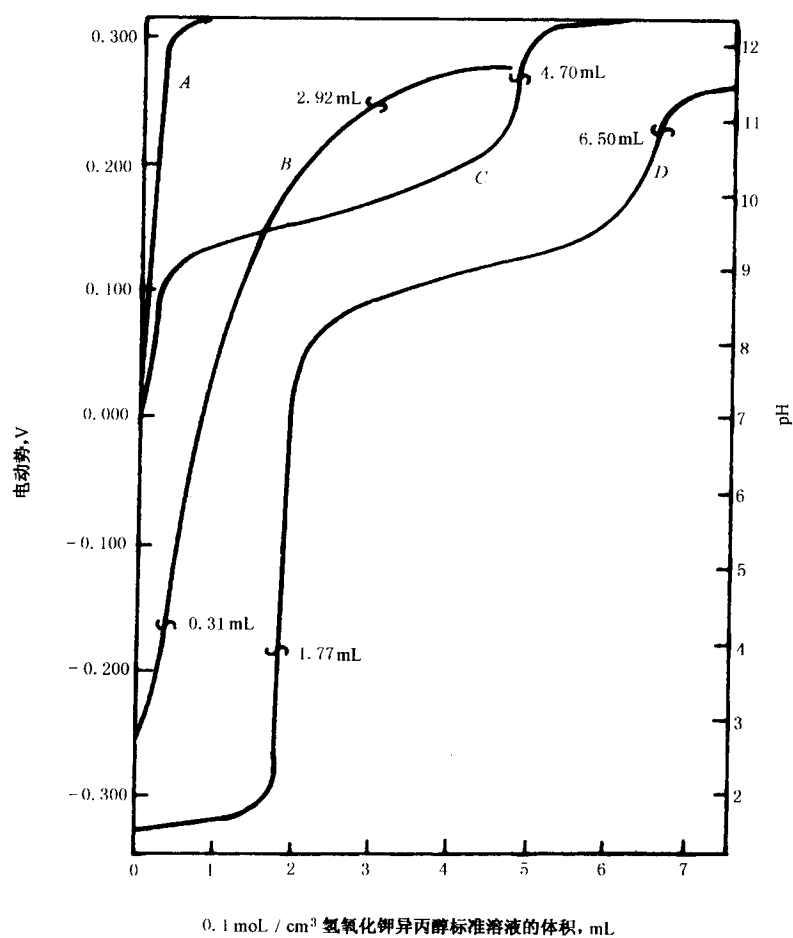
9.2.2 再现性：两个实验室测定所得结果与其平均值的差值，不应大于表 3 所列数值。

表 3 碱值测定的精密度

碱 值	重 复 性	再 现 性
0.05~1.0	0.02	0.04
1.0 以上~5.0	0.1	0.3
5.0 以上~20	0.5	1
20 以上~100	2	4
100 以上~250	5	10

10 报告

取重复测定两个结果的算术平均值,作为测定结果。



电位滴定曲线示例

A—空白溶剂; B—使用过的试样, 滴定曲线无突跃点; C—含有弱酸的试样, 滴定曲线有突跃点;
D—含有强酸和弱酸的试样, 滴定曲线有两个突跃点

附 录 A
合成油酸值测定的规定
(补充件)

A1 测定合成油酸值时,可选用石油醚(90~120℃、化学纯);无水乙醇(分析纯)为1:1的混合溶剂作为滴定溶剂。当测定结果发生争议时,仲裁试验应用6.1规定的溶剂。

A2 滴定剂可以选用0.05mol/L氢氧化钾乙醇标准溶液。溶液的配制与标定见SH/T 0079《石油产品试验用试剂溶液配制方法》。

A3 当滴定溶剂选用石油醚:无水乙醇混合溶剂时,非水碱性缓冲溶液电位值相当于pH值10.5~10.7。

A4 合成油酸值测定的精密度见表A1。

表 A1 合成油酸值测定精密度

mgKOH/g

酸 值	重 复 性	再 现 性
0.05~1.0	0.05	0.20
1.0 以上~5.0	0.20	0.55
5.0 以上~20	0.50	1.50
20 以上~100	2.0	4.0
100 以上~250	5.0	10

附加说明:

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由兰州炼油厂负责起草。

本标准主要起草人郭蕴华。

本标准参照采用美国试验与材料协会标准 ASTM D 664—81《中和值测定法(电位滴定法)》。

自本标准实施之日起,原石油部部标准 SY 2454—82《深色石油产品酸值测定法(电位滴定法)》作废。

本标准按国家标准第1号修改单进行修改。