

附录 B
(资料性附录)
催化剂线圈的封存方法

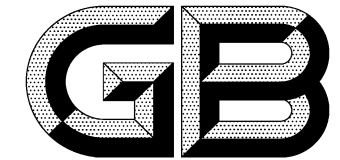
B.1 材料

- B.1.1 试管:硼硅玻璃制,长 250 mm,外径 25 mm,内径约 22 mm。
- B.1.2 盖子:供试管用,聚乙烯制,设计成圆筒型能紧扣试管外表面。
- B.1.3 干燥剂包:硅胶颗粒。
- B.1.4 冲洗管:不锈钢或玻璃制,外径约 5 mm,长 305 mm,用于把氮气传送到试管的底部。
- B.1.5 氮气:最低纯度 99.7%。

警告:高压下的压缩气体。该气体能减少供呼吸的氧气。

B.2 步骤

用冲洗管向一个新的试管中通氮气,吹出散落的灰尘。试管外观必须清洁干燥。使试管倾斜一定的角度,将催化剂线圈轻轻滑入试管中。加入一个折叠成纵向适合于试管的干燥剂包。把氮气冲洗管插入试管的中部,再到底部,并用氮气冲洗试管几秒钟。在抽出冲洗管后立即用一个聚乙烯盖子密封试管。

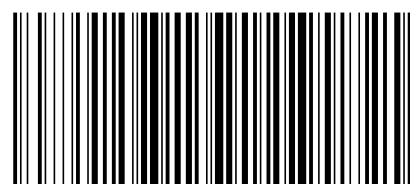


中华人民共和国国家标准

GB/T 12581—2006
代替 GB/T 12581—1990

加抑制剂矿物油氧化特性测定法

Standard test method for oxidation characteristics
of inhibited mineral oils



GB/T 12581—2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-28307

定价: 13.00 元

2006-01-01 发布

2007-01-01 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

B——参比溶液的酸值；

C——在 7.4 中油样的滴数。

A.8.2 按式(A.2)的形式报告结果,mgKOH/g:

$$A_n = x.xx \dots\dots\dots (A.2)$$

A.9 精密度和偏差

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

A.9.1 精密度

本试验方法的精密度是通过 8 个实验室对酸值(以 KOH 计)范围从 0.06 mg/g~1.1 mg/g 的 9 个样品的测试结果进行实验室间统计检验确定的。

A.9.1.1 重复性 r_a

同一操作者,使用同一仪器,按相同的试验方法,对同一试样测得的两个连续试验结果之差不超过式(A.3)的值:

$$r_a = 0.2 \times \overline{A}_n \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

\overline{A}_n ——两个测定结果的算术平均值。

A.9.1.2 再现性 R_a

不同操作者,在不同实验室,使用不同的仪器,用相同的方法对同一试样测得的两个单一、独立试验结果之差不超过式(A.4)的值:

$$R_a = 0.7 \times \overline{A}_n \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

\overline{A}_n ——两个测定结果的算术平均值。

A.9.2 偏差

因为酸值仅仅是根据试验方法确定的,所以这个试验方法不存在偏差。

中华人民共和国
国家标准
加抑制剂矿物油氧化特性测定法
GB/T 12581—2006

*
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 1.25 字数 33 千字
2006 年 12 月第一版 2006 年 12 月第一次印刷
*
书号: 155066·1-28307 定价 13.00 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

剂也允许使用。

A.6.2 酸值参比溶液

任何能够产生约 0.5 mgKOH/g 酸值的稳定的、油溶性的酸都可以采用。这个溶液要用试验方法 GB/T 4945 或 GB/T 7304 标定。已证明含有 0.20% (质量分数) 十二烯基丁二酸酐的 HVI 250 基础油能够满足要求。

A.6.3 0.1 M 氢氧化钾醇溶液

将氢氧化钾溶于异丙醇中配成约 0.1 M 溶液,此溶液用溶于 100 mL 水中的纯邻苯二甲酸氢钾标定,以酚酞作指示剂检测终点。(可用市售试剂。)

警告:有腐蚀性,吸入有毒,碱性的,可引起刺激导致皮炎。

A.6.4 十二烯基丁二酸酐

警告:对皮肤和眼睛有刺激。

A.6.5 对-萘酚苯指示剂溶液

对-萘酚苯必须满足 GB/T 4945—2002 附录 A 的规格要求。在 50:50 甲苯:异丙醇混合溶剂中配制含对-萘酚苯 10 g/L 的溶液。

警告:易燃,蒸气有害。

注:Fisher 等公司可提供对-萘酚苯指示剂溶液。

A.6.6 异丙醇

警告:易燃,有报告显示,如果不加以抑制,当储存异丙醇的容器或试剂配制瓶变空并接近干的时候,能够产生过氧化物并形成爆炸混合物。

A.6.7 滴定溶液

在一个容积为 1 L 的塑料瓶中,将 350 mL 甲苯、350 mL 异丙醇和 7 mL 对-萘酚苯溶液混合在一起,加入 15 mL 0.1 M 氢氧化钾异丙醇溶液混匀。(警告:易燃,蒸气有害,腐蚀。)

注:滴定溶液的浓度随着时间而下降,因而需定期更换,每月更换一次可以满足要求。

A.6.8 甲苯

警告:易燃,蒸气有害。

A.7 试验步骤

A.7.1 采样

按氧化试验方法规定的步骤,从氧化管中抽取最少量的试验油。

注:因为氧化油在储存中会发生明显的变化,所以从氧化试验装置采出的油样要尽快测试。

A.7.2 用注射器向烧杯或瓶中移取 2.0 mL 滴定溶液。

A.7.3 使用滴管向滴定溶液中滴加试样,每次一滴,同时不停地摇动。

A.7.4 计算当滴定溶液由蓝绿色转变为桔黄色时所需油样的滴数。当桔黄色稳定至少 10 s 时可认为滴定完成。

A.7.5 用酸值参比溶液代替试样作为 2.0 mL 滴定溶液的滴定剂重复 7.2~7.4 步骤,两个烧杯的终点颜色应该一致。

A.8 计算和报告

A.8.1 按式(A.1)计算油样的酸值 A_n , mgKOH/g:

$$A_n = \frac{A \times B}{C} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A——在 7.5 中酸值参比溶液的滴数;

前 言

本标准修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D943-04a《加抑制剂矿物油的氧化特性测定法》。本标准根据 ASTM D943-04a 重新起草。为了适合我国国情,本标准在采用 ASTM D943-04a 时进行了修改。

本标准与 ASTM D943-04a 的主要差异如下:

——由于 Nochromix 或 Micro 国内没有供应,因此清洗剂更换为铬酸洗液。

——由于原标准中的引用标准 ASTM D5770 在国内没有相应的标准,并且该标准仅应用于氧化试验中的润滑油酸值测定,因此在修订标准时将其作为附录 A。

——本标准的部分引用标准采用了与 ASTM D943-04a 中所引用的标准相应的我国现行有效标准。

——重复性和再现性的表述修改为我国的习惯表述形式。

——因为我国标准无关键词内容,所以取消了 ASTM D943-04a 的关键词一章。

本标准代替 GB/T 12581—1990《加抑制剂矿物油的氧化特性测定法》。

本标准对 GB/T 12581—1990 的主要修订内容如下:

——由于新开发油品的氧化寿命大幅度延长,为减少采样导致的样品消耗或者由于样品颜色变深而难以用指示剂确定滴定终点,本标准的酸值测定方法在保留 SH/T 0163 的基础上增加了附录 A 和 GB/T 7304 两个方法供酸值测定时选用。

——部分规范性引用文件采用我国相应的国家标准和行业标准。

——增加了避免样品受到光照的要求。

——对采样时间间隔的规定进行了细化,并规定了氧化寿命超过 10 000 h 时的处理办法。

——增加了用油位指示条指示油位的选择性办法。

——删去了“氧化安定性试验装置图”,增加了“油位指示条”图。

——增加了关于两个实验室的两组重复试验结果的精密度要求内容。

——提出了金属浴作为液体加热浴的另一选择,并允许使用电子测温装置代替温度计。

——更详细阐明了设置和测量浴温的步骤。

——增加了附录 A《氧化试验中的润滑油酸值半定量微量测定法》和附录 B《催化剂线圈的封存方法》。

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油化工集团公司提出。

本标准由中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院归口。

本标准起草单位:中国石油天然气股份有限公司润滑油研究开发中心。

本标准主要起草人:于兵、苏江、李建新。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 12581—1990