

HS

中华人民共和国海关行业标准

HS/T 31-2010

石油润滑剂中矿物油含量的 定量分析方法

Quantitative analysis of the content of the mineral oil in petroleum lubricant

2011-11-30发布

2011-01-01实施

中华人民共和国海关总署 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 和 HS/T 1—2006 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国海关总署关税征管司提出。

本标准由中华人民共和国海关总署政策法规司归口。

本标准起草单位：中华人民共和国大连海关。

本标准主要起草人：尹兵、李大志、孙利。

石油润滑剂中矿物油含量的定量分析方法

1 范围

本标准规定了采用连续洗脱色谱柱对石油润滑剂中矿物油含量进行定量分析的测定方法。
本方法适用于测定由矿物油添加附录 A 中所列添加剂而生产的润滑剂中矿物油含量的定量分析。

2 总则

测定样品中的矿物油含量采用由活性硅胶和活性氧化铝组成的洗脱色谱柱,使用石油醚作流动相对石油润滑剂中的添加剂进行吸附洗脱分离。

3 仪器设备与试剂

本标准推荐的仪器和试剂如下:

- a) 恒温水浴;
- b) 索氏抽提器,尺寸参见附录 B 示例;
- c) 天平:感量 0.1 mg;
- d) 烘箱;
- e) 烧瓶:200 ml;
- f) 硅胶:活性硅胶(100 目~200 目);
- g) 氧化铝:活性氧化铝(100 目~200 目);
- h) 石油醚:分析纯(沸程 60℃~90℃)。

4 实验步骤

4.1 洗脱柱制备

向索氏抽提器中加入活性硅胶和活性氧化铝各 25 g,干法制作,底部铺上一层脱脂棉以防止填料漏出,确保填料中无孔隙。用滤纸或脱脂棉盖住上端。用过量石油醚缓慢渗透润洗,丢弃流出的石油醚。

4.2 分离步骤

实验前向预先称重至恒重的烧瓶中(精确至 0.1 mg)加大约 100 ml 石油醚。接到 4.1 准备的洗脱柱上。精确称量约 1 g 样品(精确至 0.1 mg)。用少量石油醚溶解。将全部样品从洗脱柱上端加入,接上冷凝管放在水浴中。调节水浴温度使石油醚的循环速度达到在洗脱柱下端每分钟流出 100 滴~120 滴。循环 3 h。取出烧瓶,水浴蒸干(可用蒸馏装置回收石油醚),然后在烘箱中(100±2)℃烘干恒重为止(前后两次之差不超过 0.0002 g)。称量烧瓶重量(精确至 0.1 mg),按照 5 中公式计算矿物油含量。

若测得矿物油含量在 60%~70%之间,按照上述步骤在原烧瓶中加入 100 ml 石油醚接上原洗脱柱继续抽提 2 h,再将烧瓶烘干至恒重。反复此步骤,直至前后两次实验烘干后烧瓶重量相差不超过 0.001 g。

5 分析结果

按照下式计算样品中矿物油含量:

$$X(\%) = \frac{M_2 - M_1}{M} \times 100$$

式中:

- X——样品中矿物油含量,%;
- M₂——洗脱后烧瓶重量,g;