

前 言

本标准修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D1401—1998《石油和合成液水分离性测定法》。

本标准根据 ASTM D1401-1998 重新起草。

为了更适合我国国情,本标准在采用 ASTM D1401—1998 时进行了修改。这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。本标准与 ASTM D1401—1998 的主要差异如下:

——ASTM D1401—1998 规定进一步清洗量筒依次用铬酸洗液、丙酮、自来水,而本标准规定采用铬酸洗液、自来水、蒸馏水。这是因为二者的清洗效果相当,但丙酮的毒性较大,故选择铬酸洗液、自来水、蒸馏水做清洗试剂与材料,同时,更易于在实际操作中得以实现;

——ASTM D1401—1998 标准中规定,试验过程中每隔 5 min,观察并记录试验结果,在科研工作和产品的实际生产控制过程中,有时需要随时观察试验现象并记录,因此,本标准中以注的形式增加了“如果研究工作需要,可以随时观察、记录试验结果”的内容。

为使用方便,本标准还做了如下编辑性修改:

——取消了 ASTM D1401—1998 中关键词章。

本标准代替 GB/T 7305—1987《石油和合成液抗乳化性能测定法》,GB/T 7305—1987 等效采用 ASTM D1401—1967(1977)。

本标准与 GB/T 7305—1987 相比主要变化如下:

——标准名称修订为“石油和合成液水分离性测定法”;

——GB/T 7305—1987 标准规定试验温度为 $54^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 时,试验时间为 60 min,本标准试验温度为 $54^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 时,试验时间为 30 min(1987 版的第 1 章,本版的第 3 章);

——试验结果报告部分增加了几种试验结果状态的描述。

本标准由原国家石油和化学工业局提出。

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兰州润滑油研究开发中心。

本标准主要起草人:吴瑾、刘革、韩锦霞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 7305—1987。

石油和合成液水分分离性测定法

1 范围

1.1 本标准适用于测定石油和合成液的水分分离性。

本标准适用于测定 40℃ 运动粘度为 28.8 mm²/s~90 mm²/s 的油品, 试验温度为 54℃±1℃。也可用于 40℃ 运动粘度超过 90 mm²/s 的油品, 但试验温度为 82℃±1℃。对于更高粘度的油品, 无法使油和水充分混合, 建议用 GB/T 8022 试验方法。其他试验温度如 25℃ 也可以使用。

当测试的合成液相对密度比水大时, 试验步骤不变, 但应注意这时水可能浮在乳化层或合成液上面。

1.2 本标准涉及某些有危险性的材料、操作和设备, 但是无意与此有关的所有安全问题都提出建议。因此, 用户在使用本标准之前应建立适当的安全和防护措施, 并确定有适用性的管理制度。

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 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)

GB/T 8022 润滑油抗乳化性能测定法

GB/T 11143 加抑制剂矿物油在水存在下防锈性能试验法

3 方法概要

在量筒中装入 40 mL 试样和 40 mL 蒸馏水, 并在 54℃ 或 82℃ 下搅拌 5 min, 记录乳化液分离所需的时间。静止 30 min 或 60 min 后, 如果乳化液没有完全分离, 或乳化层没有减少为 3 mL 或更少, 则记录此时油层(或合成液)、水层和乳化层的体积。

4 意义与用途

此方法提供了测定混入水和受湍流影响的油与水的分离特性的依据, 它既可用于新油的规格试验, 也可用于监测使用中的油品。

5 仪器

5.1 量筒: 容量 100 mL。由耐热玻璃或是化学性质相同的其他玻璃制成, 刻度在 5 mL~100 mL 范围内, 分度值为 1.0 mL, 量筒的整体高度为 225 mm~260 mm, 从量筒顶部到距离底部 6 mm 处的长度内, 量筒内径在 27 mm~30 mm 范围内, 量筒刻线上任何点的刻度误差不应大于 1 mL。

5.2 水浴: 具有足够的大小和深度, 允许在水浴中插入至少 2 个试验量筒, 并且水可浸没到量筒的 85 mL 刻度处。同时配有可固定量筒位置的支承架, 以便当量筒内的物质被搅动时, 叶片的纵向轴与量筒的中心垂直线相对应, 而支承架应该能紧紧固定住量筒。水浴的温度控制精度为 ±1℃。

5.3 搅拌器: 由镀铬钢或不锈钢制成的叶片和连杆组成。叶片长 120 mm±1.5 mm, 宽 19 mm±0.5 mm, 厚 1.5 mm。连杆直径约为 6 mm, 并与叶片相固定, 且与搅拌装置相连, 传动装置能使叶片在其纵向轴的转速为 1 500 r/min±15 r/min。量筒固定后, 将叶片插入量筒内, 且距量筒底部

6 mm处,此时将连杆与传动装置啮合。在搅拌过程中,叶片底部中心处摆动不应超过转动轴中心线1 mm。当不使用时,可以将搅拌棒垂直升起,以便清洗量筒顶部。

5.4 马达:转速为 $1\,500\text{ r/min}\pm 15\text{ r/min}$ 。

5.5 秒表。

6 试剂与材料

6.1 试剂

6.1.1 石油醚:分析纯, $60^{\circ}\text{C}\sim 90^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.2 无水乙醇:分析纯。

6.1.3 蒸馏水:符合 GB/T 6682 二级水规格。

6.2 材料

6.2.1 清洗溶剂:轻组分碳氢化合物,如石油醚等。

6.2.2 铬酸洗液。

6.2.3 脱脂棉、竹镊子、石蕊试纸、包有耐油橡胶的玻璃棒。

7 取样

该试验对少量的污染很敏感,故取样严格按照 GB/T 4756 进行。

8 准备工作

8.1 用清洗溶剂清洗量筒,再用铬酸洗液、自来水、蒸馏水依次进一步清洗量筒,直到量筒内壁不挂水珠为止。

8.2 用脱脂棉、竹镊子在石油醚、无水乙醇中依次清洗搅拌棒和叶片,并风干。同时在清洗过程中注意不要将搅拌棒弄弯曲。

9 试验步骤

9.1 将水浴加热至 $54^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ (比较粘稠的油品加热至 $82^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$),并保持恒定。向干净的量筒内慢慢倒入40 mL试剂水(见注1和注2),然后倒入试样40 mL至量筒刻度为80 mL处。将量筒放入 $54^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ (或 $82^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$)恒温浴中,再将搅拌叶片放入量筒内,用金属夹具固定,通常静置约10 min,使量筒内的油水温与水浴温度一致。但加热时间通常随设备的类别而定,并最长不超过30 min。

注1:如果初始体积是在室温下测量的,则要考虑随着试验温度的升高而产生的体积膨胀。例如,在 82°C 时,总体积会膨胀2 mL~3 mL。因此,需要校正 82°C 下的每一个体积读数,以便使油(合成液)、水或乳化液的总体积读数不超过80 mL。可用于校正的另一个方法是在试验温度下测量初始体积。

注2:在测试船舶用的特定油或燃料时,可以用1%氯化钠溶液或合成海水(如GB/T 11143方法中规定的)来代替蒸馏水。

9.2 量筒固定在搅拌叶片的正下方,降低叶片至距量筒底部6 mm处,将传动装置与连杆啮合,开始搅拌,观察和调节搅拌棒,以 $1\,500\text{ r/min}\pm 15\text{ r/min}$,搅拌试样5 min,停止搅拌后,提起搅拌棒,用包有耐油橡胶的玻璃棒把搅拌叶片上的油刮落到量筒内,每隔5 min,观察并记录量筒内分离的油、水和乳化层体积数。必要时将量筒移出水浴,观察并记录。

10 报告

10.1 记录达到产品水分分离性能要求或超出了水分分离性能要求的试验范围(通常 $54^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 时为30 min, $82^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 时为60 min时,乳化液为3 mL或更少)的时间,且每隔5 min记录试验结果(注1)。油层报告的最大体积数为43 mL(注2)。结果的报告格式如下所示:

- 40-40-0(20) 完全分离时间为 20 min, 15 min 时, 残留的乳化层超过 3 mL。
 39-38-3(20) 没有出现完全分离, 但乳化层降至 3 mL, 试验结束。
 39-35-6(60) 60 min 后, 残留的乳化层超过 3 mL, 即 39 mL 的油, 35 mL 的水, 6 mL 的乳化层。
 41-37-2(20) 没有出现完全分离, 但乳化层在 20 min 后减少到 3 mL 或更少。
 43-37-0(30) 30 min 后, 乳化层减少到 3 mL 或更少。25 min 时, 乳化层超过 3 mL, 例如, 0-36-44 或 43-33-4。

10.2 各层外观用下述术语记录:

10.2.1 油(富油)层

- 透明。
- 雾状(注 3)。
- 浑浊(或乳白状)(注 3)。
- a、b 和 c 的组合现象。

10.2.2 水层或富水层

- 透明。
- 花边状或有水泡, 或两者均有。
- 雾状(注 3)。
- 浑浊(或乳白状)(注 3)。
- a、b、c 和 d 的组合现象。

10.2.3 乳化层

- 模糊的花边。
- 浑浊(或乳白状)(注 4)。
- 奶油状(注 4)。
- a、b 和 c 的组合现象。

注 1: 如果研究工作需要, 可以随时观察、记录试验结果。

注 2: 一些特殊的油样可能会产生不明显的油层。在这种情况下, 如果观测到完全分离的两层, 则将上层记作油层。如分为两层且上层大于 43 mL, 则该上层被认定为乳化层。

注 3: 雾状定义为半透明, 浑浊定义为不透明。

注 4: 浑浊状和奶油状的区别在于, 前者较均匀并且可能不稳定, 而后者较粘稠并且可能稳定。浑浊乳化液会从倾斜处流动而奶油状乳化液则不会。

10.3 油/乳化层和水/乳化层界面外观如下术语记录:

- 界面清楚, 明显。
- 界面不清楚, 有泡。
- 界面不清楚, 有花边。

10.4 报告除 54℃ 以外的试验温度和除蒸馏水以外的溶液介质。

11 精密度和偏差

11.1 精密度

该试验方法的精密度是以 40℃ 的运动粘度为 28.8 mm²/s~90 mm²/s 的汽轮机油为试验油而取得的, 试验完成时, 乳化层为 3 mL 或更少。精密度如图 1 所示。该图表明油品的平均乳化层的测试结果所允许的重复性和再现性(95%置信水平)的最大偏差。但这也许不适用于其他油品或合成液。

11.2 图 1 的使用说明

以 min 为单位, 计算平均测定结果。从纵坐标上的零点 A 向右移到横坐标上的 B 点, 根据试验的平均结果, 计算并找出误差点 C⁺ 和 C⁻。如果误差点落在重复性区域内, 则表明结果在精密度范围内。

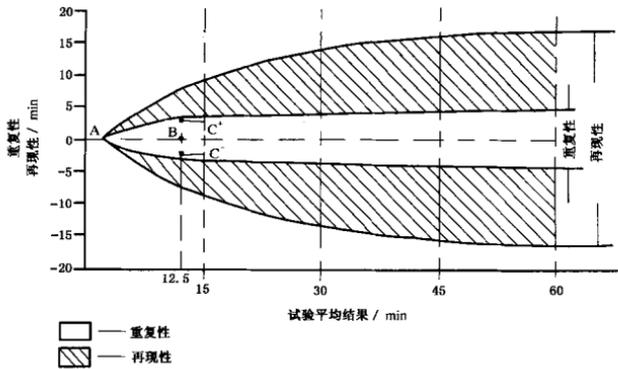


图 1 精密度测定图

例如：有一个油样的乳化性为 40-40-0 (10 min) 和 40-40-0 (15 min)，试验的平均时间结果为 12.5 min (B)，误差为 +2.5 (C⁺) 和 -2.5 (C⁻)。这些点落在重复性区域内。

该图同样适用于不同实验室间的再现性结果测定。

11.3 偏差

本试验方法的水分离性能的试验步骤没有偏差，因为水分离性能测定结果仅仅是依据该方法来确定的。