SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0946—2000

进出口残渣燃料油中总沉渣物测定方法

Method for the determination of total sediment in residual fuels for import and export

2000-09-15 发布　　2000-12-31 实施

中华人民共和国国家出入境检验检疫局　发布

前　言

本标准按照GB/T 1.1—1993《标准化工作导则　第1单元:标准的起草与表述规则　第1部分:标准编写的基本规定》的要求编写。

本标准等同采用美国试验与材料协会标准ASTM D4870—1996《残渣燃料油中总沉渣物测定方法》,在技术内容上与该标准等同。

本标准采用的Whatman GF/A玻璃纤维滤纸的孔径为1.6 μm,我国天津造纸技术研究所生产的TF-1玻璃纤维滤纸符合该项技术要求。

本标准的测试对象相当于GB/T 12692.1—1990,GB/T 12692.2—1990,GB/T 12692.3—1990《石油产品　燃料(F类)分类》第1、2、3部分所规定的R组石油产品和D组的DMB、DMC、DST、DMT等类燃料油。

本标准采用的试剂石油甲苯及爆震试验参比燃料正庚烷符合ASTM D4870标准要求。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准由中华人民共和国浙江出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人:贺新安。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

进出口残渣燃料油中总沉渣物测定方法

SN/T 0946—2000

Method for the determination of total sediment in residual fuels for import and export

1 范围

本标准规定了进出口残渣燃料油中总沉渣物的测定方法。

本标准适用于测定含有残渣组分的馏分燃料油中总沉渣物，测定含量可达0.4%(*m*/*m*)。也适用于测定100℃时最大粘度为55 mm^2/s(cSt)的残渣燃料油中总沉渣物，测定含量可达0.5%(*m*/*m*)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 3406—1990 石油甲苯

GB/T 11117.2—1989 爆震试验参比燃料 参比燃料 正庚烷

ASTM D4057 石油和石油产品手工取样方法

ASTM D4177 石油和石油产品自动取样方法

E1 ASTM 温度计规格

3 定义

本标准采用下列定义。

总沉渣物是指残渣燃料油通过Whatman GF/A(孔径1.6 μm)玻璃纤维滤纸过滤后获得的不溶性，且不溶于以直链烷烃为主的溶剂的有机物和无机物的总和。

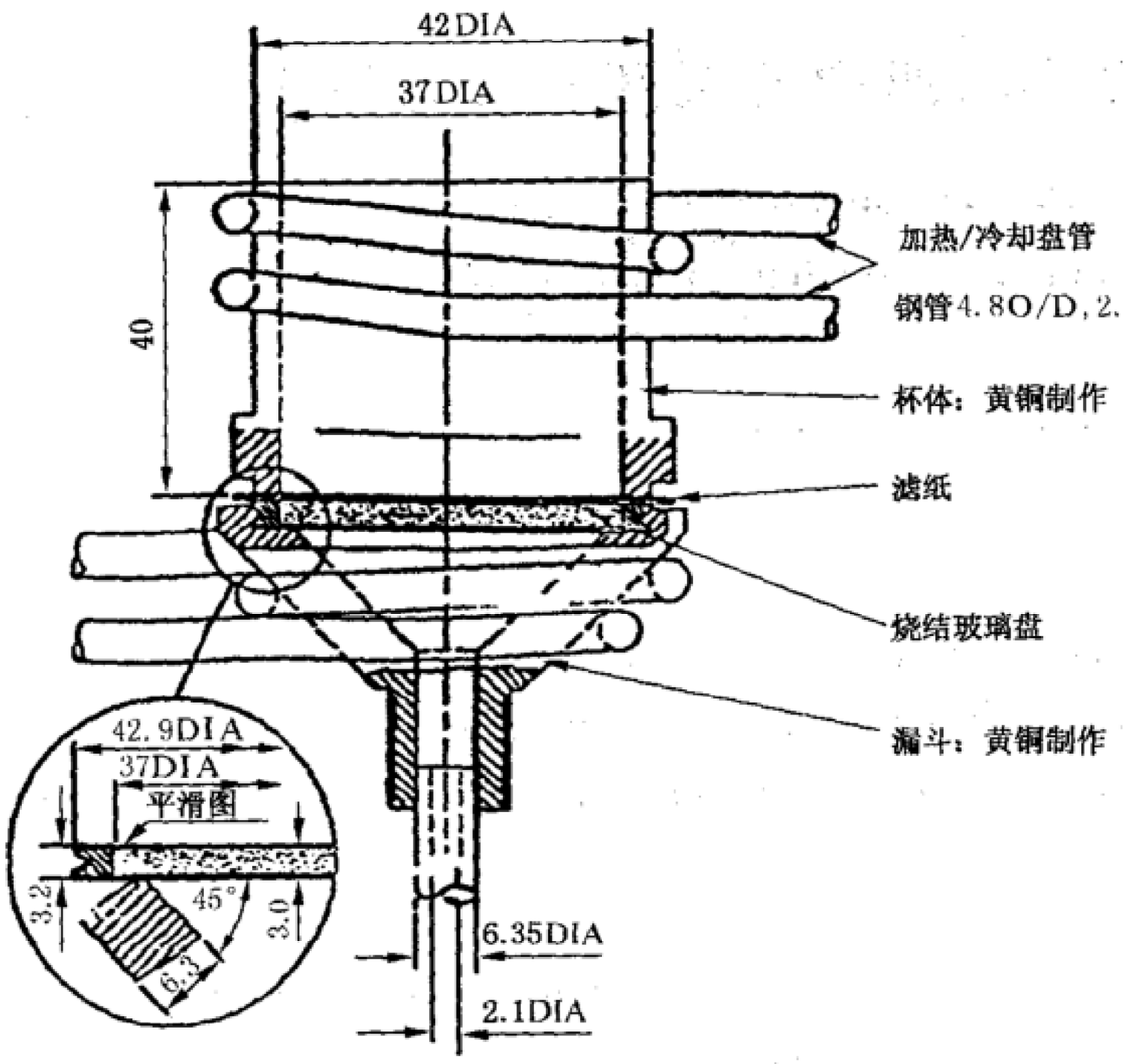
4 方法概要

称取一定数量(10 g)燃料油样品，用规定的仪器在100℃下过滤，然后用溶剂洗涤并干燥滤纸上的总沉渣物，称重。重复测定二次。

5 仪器

5.1 过滤器：用黄铜制作，与盘绕的铜质蒸汽管相联，在抽滤瓶上有合适的支持屏，以防止内爆。见图1和图2。

中华人民共和国国家出入境检验检疫局2000-09-15批准 2000-12-31实施



注

1 DIA：直径。

2 O/D：外径；I/D：内径

图 1 过滤器结构图

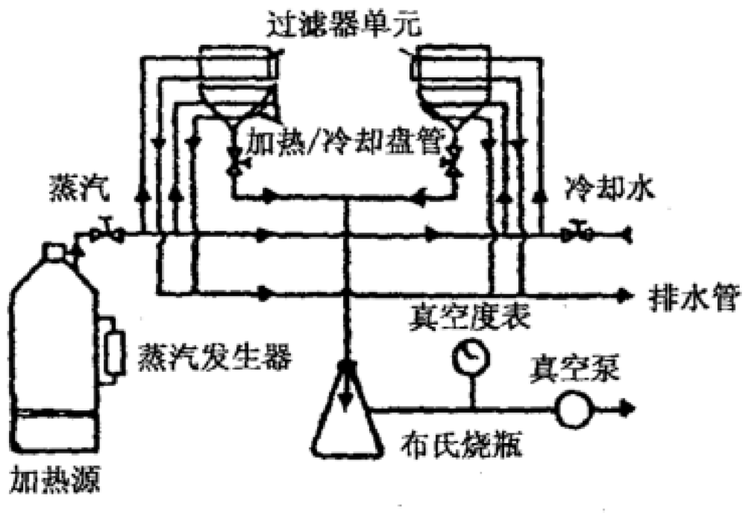


图 2 过滤器装配图

5.2 温度计：非全浸式，测量范围 95℃～103℃，最长长度 220 mm，最大分度值 0.5℃。

5.3 烘箱：可使温度保持在(110±1)℃的电烘箱，能安全蒸发溶剂，而无失火危险。

5.4 搅拌棒：玻璃或聚四氟乙烯棒。

5.5 玻璃烧杯：30 mL。

5.6 称量瓶，带有磨砂玻璃盖，有编号，直径 80 mm，高 40 mm。

5.7 加热电炉板。

5.8 蒸汽发生器：能提供(100±1)℃的蒸汽。

5.9 真空泵：能提供规定的真空度。

5.10 真空表：能测量规定的真空度。

5.11 滤纸：Whatman GF/A 玻璃纤维滤纸(孔径 1.6 μm)，直径 47 mm。

5.12 高速搅拌器：任何方便类型，最小转速 400 r/min。

5.13 干燥器。

5.14 冷却容器：干燥器或其他类型可密闭的容器，用于称重前冷却滤纸。不推荐使用干燥剂。

5.15 喷洗器或带有刻度的洗瓶：最小容量 25 mL，分度为 0.5 mL。

5.16 镊子：一端为桃形。

6 试剂和材料

6.1 正庚烷：爆震试验级，符合 GB/T 11117.2 标准。

6.2 甲苯：石油甲苯，符合 GB 3406 标准。

6.3 洗涤溶剂：按 85%正庚烷(6.1)和 15%甲苯(6.2)体积比混合。

注：甲苯和正庚烷为易燃、易爆有毒物品，试验应在合适的通风橱中进行，请注意安全。

7 取样

按 ASTM D4057 和 ASTM D4177 方法规定取样。

8 试验步骤

8.1 样品准备

当样品可直接混合时，用高速搅拌机将全部样品搅拌 30 s，混匀。用一玻璃或聚四氟乙烯棒插入盛样容器底部，检查样品是否混合均匀。对含蜡量高的(高倾点)或粘度很高的燃料油，在搅拌前必须加热。如果是低粘度燃料油，样品应加热至温度比倾点高 15℃；如果是高粘度燃料油，样品应加热至粘度相当于在 150 mm^2/s(cSt)～250 mm^2/s(cSt)之间。样品温度不能超过 80℃。

8.2 滤纸准备

每次试验将二枚滤纸置于 110℃烘箱中烘干 20 min，然后分别迅速转移至有编号的称量瓶中，并放入冷却器让其冷却至室温(5 min～10 min)。将称量瓶与滤纸一起称重，用去皮法扣除空称量瓶的重量，称准至 0.001 g。

注

1 注意——玻璃纤维滤纸易破碎，操作时要小心。在使用前应检查每张滤纸是否结实和是否存在残缺(小洞)。

2 为了方便操作，最好使用一整套专用于此试验的称量瓶，这些称量瓶全部存放在干燥器中恒重。因它们与干燥剂放在一起，其重量已达平衡，因此不必放入烘箱内烘干。

8.3 仪器装置

使用前检查滤纸支持屏是否清洁，如果必要，用沸腾的高沸点芳烃溶剂清洗。若清洗后仍有 2%的烧结支持屏面被颗粒物堵塞，应换上新的支持屏。

装配前过滤器各部件必须是清洁干燥的。用镊子将二枚预先干燥称重过的滤纸网印面朝下、低号称量瓶里的滤纸在下面叠在一起，放在烧结过滤支持屏上。借助轻度真空把滤纸放正。小心地将过滤器的上部分加放在滤纸上，然后用夹子夹紧，关闭真空泵。在加样前让(100±1)℃的蒸汽通过加热/冷却盘管 10 min。

8.4 加入样品

在 30 mL 烧杯中加约 11 g 如 8.1 所述准备的燃料油样品，称准至 0.01 g。连接好真空泵使真空度的绝对压力不小于(40±2)kPa。将烧杯中的样品加热至(100±2)℃，然后在(100±2)℃下把样品转移至滤纸中央。注意在转移过程中不要将样品碰到过滤器壁。重新称一下烧杯，称准至 0.01 g。被转移的样品量应为(10±0.5)g。如果样品在 25 min 内不能完成过滤，应停止试验，另称取(5±0.3)g 样品，重新试验，如果此样品在 25 min 内仍不能完成过滤，则以“过滤超过 25 min”报告之。

注

1 若要得到样品的净重，可在转移样品前后，称重烧杯加搅拌棒和温度计的重量，以避免可能产生的误差。可以使用任何方便的办法来加热燃料油样品至(100±2)℃，如加热板、水浴或油浴，或配有合适搅拌棒的烘箱。样品加

热超过 105℃必须放弃不能再使用。

2 对高粘度或高沉渣样品，用少量多次甚至逐滴加入的方法，分阶段过滤效果会更好。对很难过滤的油样过滤时最好不要将样品覆盖整个滤纸。对过滤率低的样品在(40±2)kPa 压力下应保持 25 min。

8.5 过滤器洗涤

当过滤结束并在上层滤纸表面看似干燥时，继续通蒸汽抽滤 5 min，停止蒸汽供应，接通盘管冷水，冷却。用装有洗涤溶剂的喷洗器或用带有刻度和喷嘴的洗涤瓶仔细洗涤过滤器二次，每次用(25±1)mL，并小心冲洗附着在滤器壁上的样品。取出过滤器上部分，以同样方法，用(10±0.5)mL 洗涤溶剂洗涤滤器边缘部位，最后再用(10±0.5)mL 正庚烷洗涤滤纸表面。

注：如果样品过滤速度很快，在第一次溶剂洗涤之前，应减小真空度，以保证溶剂能完全覆盖整个滤纸。然后在此真空度下缓慢地继续下一步操作。

8.6 拆卸仪器

在滤纸看似干燥后，关闭真空泵。小心地用镊子分别取下上下层滤纸，移至(110±1)℃的烘箱中干燥 20 min，迅速转移到它们原编号的称量瓶中，放入冷却器中冷却至室温(5 min～10 min)，然后用去皮法称重，称准至 0.000 1 g。

9 计算

9.1 按式(1)计算总沉渣物重量百分含量，精确至 0.01%(*m*/*m*)。

$$S(\%) = \frac{(M_5 - M_4) - (M_3 - M_2)}{M_1} \times 100 \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：S——总沉渣物含量，%(*m*/*m*)；

M_1——样品质量，g；

M_2——下层滤纸过滤前质量，g；

M_3——下层滤纸过滤后质量，g；

M_4——上层滤纸过滤前质量，g；

M_5——上层滤纸过滤后质量，g。

10 报告

取重复二次测试结果的平均值作为热过滤总沉渣物测试结果，精确至 0.01%(*m*/*m*)。如果用 5 g 样品进行试验，则总沉渣物以热过滤(5 g)的结果报告之。如果过滤在规定的 25 min 时间内未完成，则以“过滤超过 25 min”报告之。

11 精密度

11.1 重复性：同一操作者，用同一仪器在规定的操作条件下，对同一样品连续重复测试的两个结果之差超过式(2)和式(3)计算值的概率仅为 5%。

残渣燃料油按式(2)计算：

$$r = 0.123\sqrt{x} \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：x——测试结果的平均值，%(*m*/*m*)。

含有残渣组分的馏分燃料油按式(3)计算：

$$r = 0.048\sqrt{x} \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：x——测试结果的平均值，%(*m*/*m*)。

11.2 再现性：不同操作者独立地在不同实验室对同一样品进行测试，获得的两个测试结果之差超过式(4)和式(5)计算值的概率仅为 5%。

残渣燃料油按式(4)计算：

$$R = 0.341\sqrt{x} \quad \cdots\cdots(4)$$

式中：x——为测试结果的平均值，%(m/m)。

含有残渣组分的馏分燃料油按式(5)计算：

$$R = 0.174\sqrt{x} \quad \cdots\cdots(5)$$

式中：x——为测试结果的平均值，%(m/m)。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口残渣燃料油中总沉渣物测定方法
SN/T 0946—2000
*
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
版权专有 不得翻印
*
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 10 千字
2001年2月第一版 2001年2月第一次印刷
印数 1—2 000
*
书号:155066·2-13490 定价 8.00 元