ICS 75.140
E 42

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3554—2008
代替 GB/T 3554—1983

# 石油蜡含油量测定法

**Standard test method for oil content of petroleum waxes**

2008-04-15 发布　　2008-10-01 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

# 前　言

本标准修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D721—2006《石油蜡含油量测定法》。

本标准根据 ASTM D721—2006 重新起草。

考虑到我国国情，本标准在采用 ASTM D721—2006 时进行了修改。本标准与 ASTM D721—2006 的主要差异：

——本标准引用标准采用我国相应的国家标准；

——本标准取消了使用金属过滤器及与金属过滤器相关的内容；

——本标准取消了图 3“空气压力调节器”；

——本标准附录 A 中增加适当的压力表及相关计算公式。

本标准代替 GB/T 3554—1983《石油蜡含油量测定法》，本标准与 GB/T 3554—1983 的主要差异：

——增加了“意义和用途”章；

——删除了温度计规格说明；

——增加了图 2 恒温冷浴规格；

——删除了表 1 丁酮规格；

——增加了“样品”章；

——附录 A 中增加适当的压力表及相关计算公式。

本标准的附录 A 是规范性附录。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出。

本标准由中国石油化工股份有限公司抚顺石油化工研究院归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司抚顺石油化工研究院。

本标准主要起草人：蔡秀党。

本标准于 1983 年首次发布。

# 石油蜡含油量测定法

## 1 范围

1.1 本标准规定了石油蜡含油量的测定方法。本方法适用于冻凝点在30℃以上，含油量低于15%的石油蜡。对于某些含油量大于5%，在丁酮中不能完全溶解而分层的石油蜡本方法是不适用的。

1.2 本标准采用国际单位制SI单位。

1.3 本标准可能涉及某些有危险的材料、设备和操作，但是无意对此有关的所有安全问题都提出建议。因此，在使用之前，用户有责任建立适当的安全和防护措施，并制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 514 石油产品试验用玻璃液体温度计技术条件

## 3 方法概要

将试样溶解于丁酮溶剂中，溶液冷却至－32℃时析出蜡，经过滤管取出滤液。将滤液中溶剂蒸发，称量残留油，通过计算得到试样含油量的质量分数。

## 4 意义和用途

石油蜡中的含油量对石油蜡的许多性质都有影响，如石油蜡的强度、硬度、柔软性、摩擦系数、膨胀系数、耐擦伤性、污染特性、熔点等，这些影响取决于最终石油蜡的应用。

## 5 仪器与设备

5.1 过滤装置：由最大孔径为10 μm～15 μm、直径10 mm的烧结玻璃过滤管组成，过滤管上带有空气压力入口和喷管，并带有磨砂玻璃接头与25 mm×170 mm的冷却试管连接，过滤管孔径采用附录A方法测量。详细规格见图1。

5.2 冷浴：由带有多个孔径为30 mm±5 mm冷浴孔的绝热箱组成，冷浴内可加入合适的介质，如煤油、固体二氧化碳(干冰)、乙醇等。规格见图2。

5.3 滴管：能移取1.0 g±0.05 g熔化的试样。

5.4 移液管：15 mL±0.06 mL。

5.5 气路系统设备

5.5.1 空气压缩机：能为蒸发装置提供稳定足量和适当压力的空气流。

5.5.2 空气压力调节器：在充足的压力下为过滤器提供适量的空气。

5.5.3 干燥塔：500 mL，内装变色硅胶和少许脱脂棉。

5.5.4 玻璃转子流量计：流量为1 L/min～10 L/min。

5.6 测温装置

5.6.1 温度计

5.6.1.1　冷浴用温度计：符合 GB/T 514 中 GB -70。

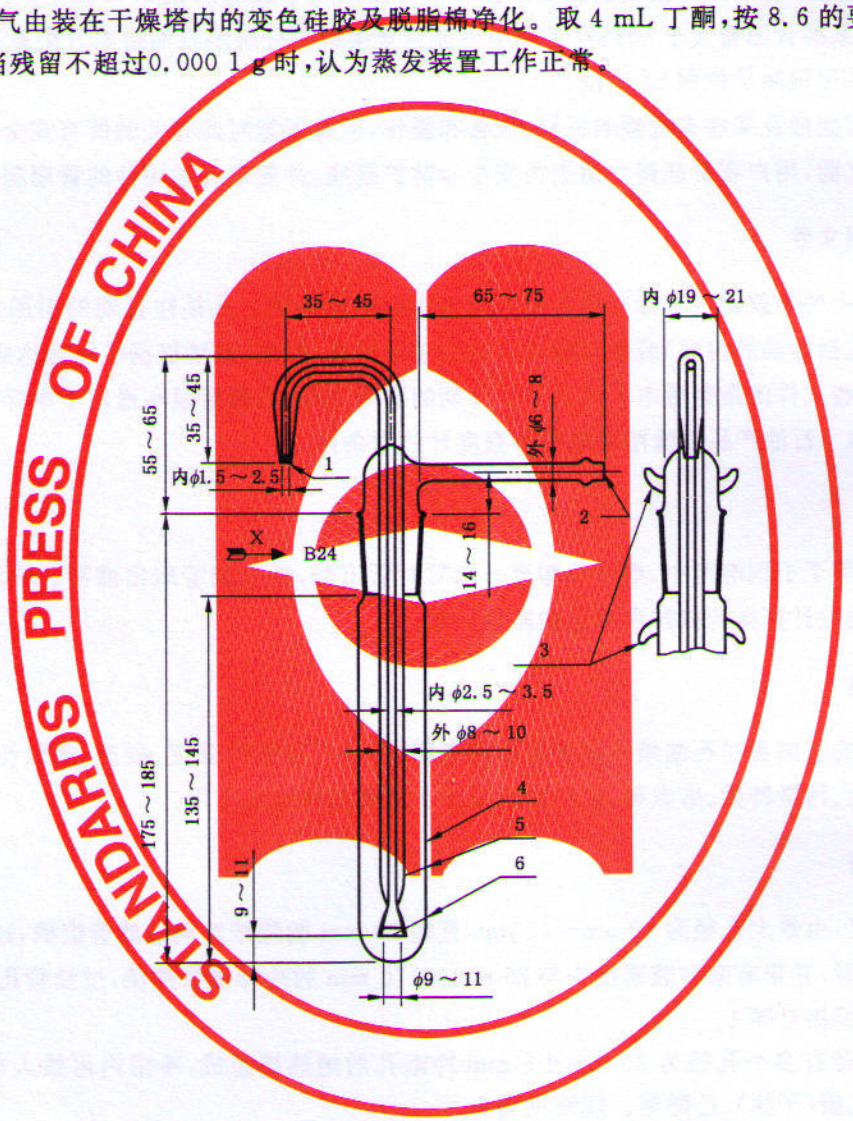
5.6.1.2　蒸发用温度计：符合下列规格：温度范围 0℃～50℃；分度 1℃。

5.6.2　可以使用与 5.6.1 不同的能够具有与水银玻璃温度计相同温度响应的温度测量装置。

5.7　锥形称量瓶：带有玻璃塞，容量 15 mL～25 mL。

5.8　蒸发装置：由蒸发箱和多支管集气管组成，详细规格见图 3。该蒸发装置能保持称量瓶周围温度在 35℃±1℃。将清洁而干燥的空气流经由内径为 4 mm±0.2 mm 的喷嘴垂直吹入称量瓶内，确保在蒸发初期每个喷嘴的顶部高于液面 15 mm±5 mm，每个喷嘴的空气流出速率为 2 L/min～3 L/min，进入称量瓶前的空气由装在干燥塔内的变色硅胶及脱脂棉净化。取 4 mL 丁酮，按 8.6 的要求，定期地检查空气清洁度，当残留不超过0.000 1 g 时，认为蒸发装置工作正常。

单位为毫米




1——排液口；

2——空气入口；

3——玻璃钩；

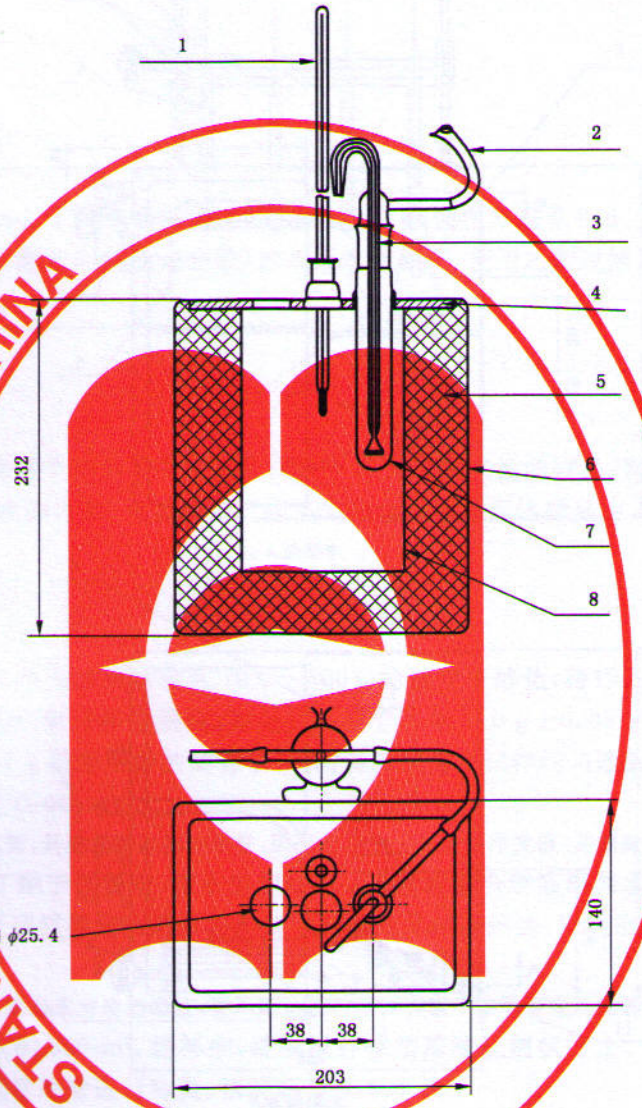
4——试管；

5——管式浸液过滤管；

6——烧结多孔玻璃过滤管滤片。

**图 1　过滤器**

单位为毫米

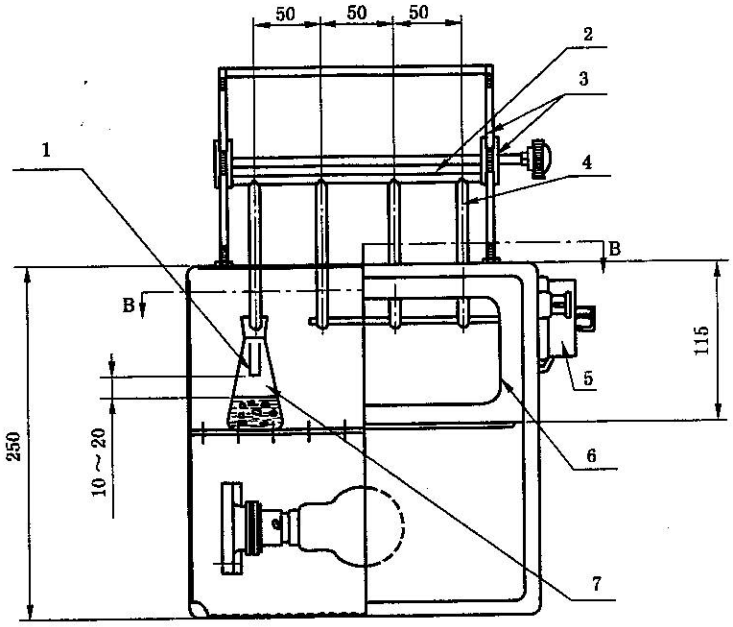



1——温度计；
2——空气导管；
3——过滤管；
4——酚醛塑料板；
5——玻璃毛绝缘层；
6——外箱；
7——试管；
8——容量为 1 L 的盛装冷却介质的金属容器。

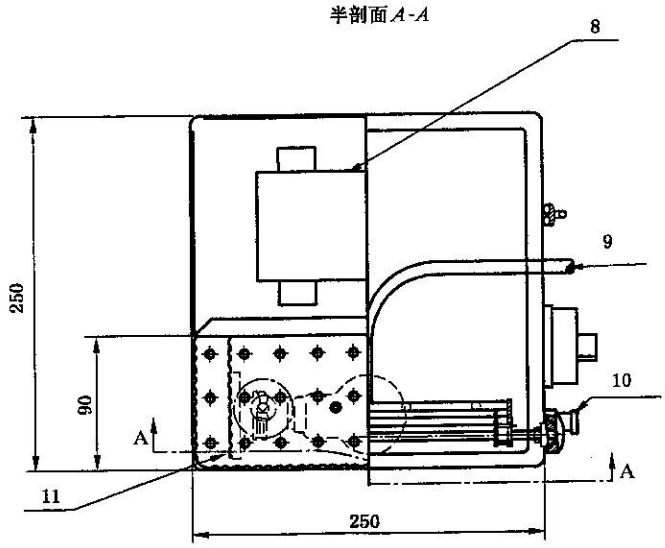
**图 2　恒温冷浴**

STANDARDS PRESS OF CHINA

单位为毫米




半剖面*A-A*




半剖面*B-B*

1——蒸发开始时喷嘴位置；
2——歧管；
3——调节喷嘴高度的齿条和齿轮；
4——空气喷嘴(内径 3.8 mm～4.2 mm,外径约 6.0 mm)；
5——恒温箱；
6——有玻璃窗的折叶门；
7——15 mL 称量瓶；
8——加热控制器；
9——来自流速计的过滤空气；
10——温度计套；
11——多孔金属板,孔径 6.5 mm。

**图 3　蒸发装置**

5.9 分析天平：感量0.000 1 g。

5.10 金属丝搅拌器：长 250 mm、直径 0.9 mm 的铁丝、不锈钢丝或镍丝制成，每端绕成直径 10 mm 的圆圈，其底部圆圈平面必须与金属丝垂直。

5.11 恒温箱：恒温范围 70℃～100℃。

5.12 干燥器：无干燥剂。

5.13 烧杯：800 mL。

## 6 试剂

6.1 丁酮：分析纯。

6.1.1 蒸发残渣：蒸发 4 mL 丁酮剩余残渣不超过0.000 1 g，操作方法见 8.6。

6.1.2 储存溶剂时按溶剂量的 5%(质量分数)加入无水硫酸钙，使用之前过滤。

6.2 无水硫酸钙：分析纯。

6.3 空气：洁净且过滤。

## 7 样品

如果蜡样少于 1 kg，将整个样品熔化在充分搅拌下得到有代表性的样品；对于大于 1 kg 的样品要仔细确保得到真实有代表性的样品，因为油分可能不均匀地分散在固体样品中，机械操作可能会挤压出一些油分。

## 8 试验步骤

8.1 将具有代表性的样品用水浴或烘箱在 70℃～100℃的温度下熔化，待样品完全熔化后充分混合。为了防止蜡在滴管顶部凝固，要将滴管预热，并迅速用滴管吸取 1.0 g±0.05 g 熔化的蜡样，小心地将蜡样滴入预先称准至 0.001 g 洁净干燥的试管中，同时转动试管使试样均匀地凝固在试管底部，待试管冷却至室温后称量，精确至 0.001 g。

注：用溶剂清洗干净的试管，其质量基本保持不变，因而可以知道试管的净重值，并能重复使用。

8.2 用移液管取 15 mL 丁酮于试管中，在水浴中加热。试管中混合物液面与水浴液面相平齐，同时用金属丝搅拌器上下搅拌，直到试样完全溶解在溶剂中。溶解试样应迅速，以免由于溶剂加热时间过长而致使溶剂损失过大。

注：有些高熔点的试样不能形成清晰的溶液，要不断地进行搅拌直至不溶物呈现均匀的云雾状。

8.3 将试管插入装有冰水的 800 mL 烧杯中，继续搅拌使蜡溶液呈糊状为止。取出搅拌器，从冰水浴中取出试管，用干布擦干试管外壁进行称量，精确到至少 0.1 g。

注：在这步操作中，溶剂的蒸发损失不应超过 1%，试剂的质量是恒定的，当经过多次称量后，溶剂的质量大约为 11.9 g，这一数值可以做为恒定值。

8.4 将装有蜡-溶剂糊状物的试管放入－34.5℃±1℃的恒温冷浴中，在此剧冷操作过程中，为了确保蜡-溶剂糊状物非常均匀，又不在试管壁上形成蜡块或蜡结晶块，要用温度计连续搅拌，直至温度达到－31.7℃±0.3℃。

8.5 从试管中取出温度计，并且将其在试管口停留片刻以流净残液。然后立即将在－34.5℃±1℃冷浴中冷却至少 10 min，洁净干燥的管式浸液过滤管插入试管中，过滤器的磨口接头要密封不漏气。将称量瓶带盖称准至0.000 1 g，然后取下瓶塞，将称量瓶放在过滤装置喷嘴下。

注：每一步骤都要很小心，以确保带塞称量瓶质量的准确性。首先要确定称量瓶的质量，用丁酮(6.1)清洗干燥的称量瓶，用布擦干外部，并放在蒸发装置下干燥大约 5 min，然后将称量瓶和瓶塞放在无干燥剂的干燥器内移置天平附近，在称量前放置 10 min，冷却。当称量瓶和瓶塞在蒸发装置下烘干后，要用钳子移取，瓶塞要轻取轻放。

8.6 在过滤管的空气入口处引入压缩空气。并且在称量瓶内迅速收集大约 4 mL 滤液。解除压缩空

气，让液体缓慢地从喷嘴流回，迅速移走称量瓶，盖上瓶塞，不必恢复至室温即进行称量，准确到至少0.01 g。取下称量瓶塞，将称量瓶放在35℃±1℃的蒸发装置的喷嘴下，使喷嘴位于称量瓶颈部中心，喷嘴尖端位于液面上表面15 mm±5 mm，用近30 min的时间蒸发溶剂，然后取出称量瓶，盖上瓶塞，于天平附近放置10 min后进行称量，称准至0.000 1 g。重复溶剂的蒸发操作，每个蒸发周期5 min，直至连续两次称量差值不超过0.000 2 g为止。

## 9 计算

用下式计算石油蜡的含油量：

$$w = \frac{100m_1 \times m_3}{m_2 \times m_4} - 0.15$$

式中：

$w$——试样含油量质量分数，%；

$m_1$——残留油质量的数值，单位为克(g)；

$m_2$——试样的质量的数值，单位为克(g)；

$m_3$——溶剂质量的数值(试管加溶剂加试样质量减去试管和试样质量)，单位为克(g)；

$m_4$——蒸发溶剂质量的数值(称量瓶加滤液质量减去称量瓶和残留油质量)，单位为克(g)；

0.15——−32℃时蜡在溶剂中溶解度的平均校正值。

## 10 报告

用质量分数报告样品的含油量，如果试验结果为负数，则报告为0。

## 11 精密度和偏差

11.1 按以下规定判断结果的可靠性(95%置信水平)。

11.1.1 重复性：同一操作者，使用同一台仪器，对同一试样测定的连续试验结果之差，不应大于下列数值：

$0.06+8\%X$

$X$——两次试验结果的平均值 。

11.1.2 再现性：不同操作者于不同实验室，对同一试样测得的两个独立结果之差，不应大于下列数值：

$0.2+11\%X$

11.2 偏差

由于含油量值只能由本方法测定，所以本方法无偏差。

# 附 录 A
（规范性附录）
微孔管式浸液过滤管最大孔径测定法

## A.1 范围

本方法规定了检测该标准过滤用多孔过滤管可靠性的方法，本方法规定了最大孔径，也提供了检查和测量多孔过滤管在连续使用过程中孔径发生变化的方法。

## A.2 术语和定义

下列术语和定义适用于本附录。

A.2.1

**最大孔径 maximum pore diameter**

过滤器的最大孔的直径，μm。

注：本文所定义的最大孔径并不仅仅是指过滤管最大孔的物理尺寸。并认为孔的形状不规则。由于孔形状的不规则及过滤中其他特有的现象，所以可以推测过滤管既能将所有大于最大孔直径的颗粒截留，又能将小于所测孔径的颗粒截留。

## A.3 方法概要

将过滤管清洗并用水润湿，然后将其浸没在水中，对过滤管的上表面加压，直到第一个气泡通过过滤管。用水的表面张力和施加的压力计算最大孔径。

## A.4 仪器与材料

A.4.1 水银压力计或压力表

A.4.1.1 压力表：量程 0 MPa～0.1 MPa；分度 0.000 5 MPa；针形阀式空气压力调节器。

A.4.2 压缩空气：清洁并干燥。

A.4.3 盐酸：分析纯。

A.4.4 丙酮：分析纯。

A.4.5 干燥烘箱：能恒温至 105℃。

## A.5 测定步骤

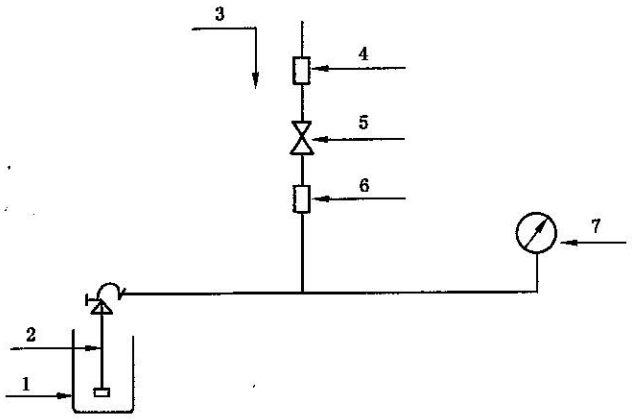
A.5.1 将过滤管在浓盐酸中浸泡，并用蒸馏水清洗，接着用丙酮淋洗，然后置于空气中干燥，最后将其放在 105℃的干燥烘箱中 30 min。

A.5.2 将清洁的过滤管浸泡在蒸馏水中润湿。

A.5.3 按图 A.1 所示安装装置，可经压力调节器慢慢施加压力。

A.5.4 使过滤管的滤片刚好浸没在水表面下，滤片上的水层要尽量少。

A.5.5 升高空气压力到低于估计气泡穿过压力约 1.33 kPa，然后以 0.40 kPa/min 的速度缓慢增压，直到第一个气泡穿过过滤管滤片，记下第一个气泡离开滤片时的压力。如果液面超过过滤管滤片表面，则必须从观察到的压力中扣除由液体产生的压力。




1——水标；
2——管式浸液过滤管；
3——压缩空气源；
4——空气过滤器；
5——空气压力调节器；
6——干燥球；
7——水银压力计或压力表。

**图 A.1 检验过滤管孔径仪器安装图**

## A.6 计算

A.6.1 使用水银压力计按式(A.1)计算过滤管直径：

$$D = \frac{2\,180}{p} \qquad \cdots\cdots(A.1)$$

式中：

$D$——直径的数值，单位为微米(μm)；

$p$——压力计读数，单位为毫米汞柱(mmHg)。

由上式可以计算出符合标准规格过滤器孔径(10 μm～15 μm)的相应压力。

A.6.2 使用适当压力表按式(A.2)计算过滤管直径：

$$D = \frac{2\,180 \times 0.133}{p} \qquad \cdots\cdots(A.2)$$

式中：

$D$——直径的数值，单位为微米(μm)；

$p$——压力计读数，单位为千帕(kPa)；

0.133——mmHg 与 kPa 换算系数。

由上式计算出 10 μm～15 μm 孔径的相应压力为 29.1 kPa～19.3 kPa，在这一压力范围内的过滤管认为合格。

GB/T 3554-2008

版权专有 侵权必究

*
书号：155066・1-31711
定价： 14.00 元