

ICS 75.150.20
北京富尔邦科技发展有限公司
010-58732705



中华人民共和国石油化工有限公司

SH/T 0701—2001
eqv ISO 10307-1:1993

残渣燃料油总沉淀物测定法 (热过滤法)

Determination of total sediment in residual
fuel oils by hot filtration

2001-11-23 发布

2002-01-01 实施

国家经济贸易委员会 发布

前 言

本标准等效采用国际标准 ISO 10307-1:1993《石油产品——残渣燃料油中的总沉淀物 第一篇：用热过滤程序测定》。

本标准与 ISO 10307-1:1993 的主要差异如下：

1. 未采用 ISO 10307-1:1993 的标准名称，标准名称以简洁为主。
2. 引用标准改为我国相应等效的国家标准和石油化工行业标准；对我国无相应等效标准的，在本标准中写入引用的实质内容。

本标准由中国石油化工股份有限公司提出。

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：中国石油化工股份有限公司上海高桥分公司炼油厂。

本标准主要起草人：蒋彤、陆丽华、李静。

残渣燃料油总沉淀物测定法 (热过滤法)

SH/T 0701—2001

eqv ISO 10307-1:1993

Determination of total sediment
in residual fuel oils by hot filtration

1 范围

1.1 本标准适用于测定 100℃粘度小于 55mm²/s 的残渣燃料油及含有残渣组分调合的馏分燃料油中的总沉淀物。

1.2 本标准在精密度考察时的取样范围为：残渣燃料油的最大总沉淀物是 0.50%(m/m)，含有残渣组分调合的馏分燃料油的最大总沉淀物是 0.40%(m/m)。

1.3 除由于相当数量的不溶性有机物和无机物存在的因素之外，某些燃料油的过滤时间也可能由于其他因素超过本方法规定的最大过滤时间。

1.4 沉淀物在甲苯中的不溶物可按 GB/T 6531 测定。

注

1 本标准可用来评价通过加速老化程序进行燃料油预处理后的总沉淀物(见 SH/T 0702《残渣燃料油总沉淀物测定法(老化法)》)。

2 残渣燃料油中可观的沉淀物会使操作设备产生积垢，并给燃烧器设备带来问题。沉淀物可在储存罐中、过滤器滤网上或燃烧器零件上积累，造成油料从油罐到燃烧器流通不畅。

1.5 本标准可能涉及某些有危险的材料、操作和设备。本标准无意与此相关的所有安全问题都提出建议。用户在使用本标准之前有责任建立合适的安全和防护措施并确定适当的管理制度。

2 引用标准

下列标准包括的条文，通过引用而构成本标准的一部分。除非在标准中另有规定，下述引用标准都应是现行有效标准。

GB/T 6531 原油和燃料油中沉淀物测定法(抽提法)

SH/T 0702 残渣燃料油总沉淀物测定法(老化法)

3 定义

本标准采用下列定义。

总沉淀物 total sediment

一定量的试样通过规定的滤纸进行过滤，分离出不溶解于一种主要是烷烃的洗涤溶剂的有机物和无机物的总量。

4 方法概要

试样在 100℃下通过规定的仪器过滤后，把滤纸上的总沉淀物经溶剂洗涤和干燥后，进行称重。

测定应进行重复试验。

5 试剂

5.1 正庚烷：分析纯。

警告：正庚烷是一种有毒的挥发性烃类，只能在通风柜中使用。应避免吸入蒸气和长时间的皮肤接触。

5.2 甲苯：分析纯。

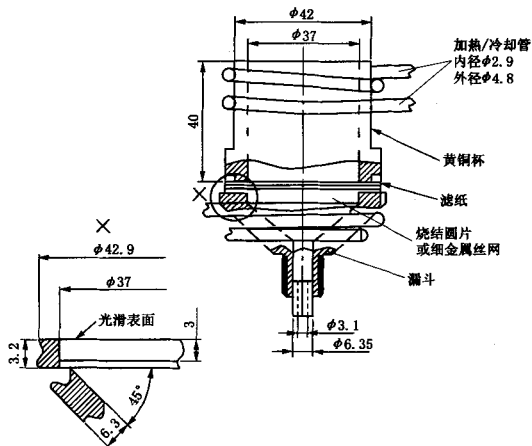
警告：甲苯是有毒的挥发性烃类。通过吸入蒸汽或通过皮肤与液体接触而吸收。只能在通风柜中使用并避免与皮肤接触。

5.3 洗涤溶剂：由 85%(V/V)正庚烷和 15%(V/V)甲苯组成。

6 仪器

6.1 过滤元件：由黄铜制成，附带有铜的蒸气盘管(见图 1)。过滤元件架设在真空烧瓶的上方。过滤装置流程见图 2。

注：只要尺寸符合要求，加热介质能严格遵守规定，其他外形的仪器是符合要求的。



单位:mm

图 1 过滤元件详图

6.2 温度计：分浸式，浸入线在 50mm ~ 80mm，最大长度 220mm。温度计应能记录 95℃ ~ 105℃ 范围的温度。最大分度值 0.5℃。

6.3 烘箱：控制温度为 $110^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。能蒸发溶剂，但没有火灾和爆炸的危险。

6.4 搅拌棒：玻璃或聚四氟乙烯制，长约 150mm，直径约 3mm。

6.5 玻璃烧杯：30mL，具嘴低型或锥型均可。

6.6 称量瓶：具磨砂玻璃塞、编号，直径 80mm，高 40mm。

6.7 电热板或其他相应的加热装置。

6.8 蒸汽发生器：能提供 $100^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的蒸汽源。当无法获得蒸汽或蒸汽达不到规定温度，可更换

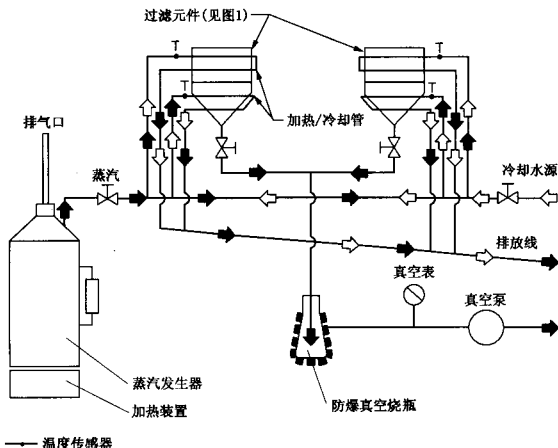


图2 过滤装置流程图

发生蒸汽用的加热介质。

6.9 真空源：能提供规定的 $40\text{kPa} \pm 2\text{kPa}$ 绝对压力 (61.3kPa 真空度)。

6.10 真空表：能记录 6.9 条规定的绝对压力或真空度。

6.11 玻璃纤维滤纸：公称孔径 0.0016mm ，直径 47mm 。

注：由 Whatman 生产的 GF/A 型是符合要求的。等效类型也适用。

6.12 高速混合器：最小速度为 400r/min 的任何适宜型号。

6.13 干燥器：带干燥剂，能盖紧的。

6.14 冷却容器：干燥器或其他能盖紧的容器，在称量前冷却滤纸用。不使用干燥剂。

6.15 带刻度注射器或洗瓶：最小容量 25mL ，分度值 0.5mL 。

6.16 镊子：扁平型。

6.17 天平：感量 0.1mg ，称量滤纸用。感量 10mg ，称量样品用。

7 准备工作

7.1 样品的制备

全部样品用高速混合器充分混合 30s，或用其他方法使样品混合均匀。用玻璃搅拌棒或聚四氟乙烯棒浸入容器底部取得的样品外观应是均匀的。高含蜡量（高倾点）的燃料油或高粘度燃料油，搅拌前应加热样品。对低粘度燃料油，加热温度应高于其倾点 $15^\circ\text{C} \sim 18^\circ\text{C}$ 。对高粘度燃料油，加热到使其粘度降低到 $150\text{mm}^2/\text{s} \sim 250\text{mm}^2/\text{s}$ 之间的温度。在这制备期间温度不得超过 80°C 。

7.2 滤纸的准备

7.2.1 在 110°C 烘箱中将两张滤纸干燥 20min。把每张滤纸分别迅速地移入有编号的称量瓶中，放入冷却容器中冷却至室温 ($5\text{min} \sim 10\text{min}$)。称量两张滤纸的质量，称精确至 0.0001g 。

注：已经证明，用一块细金属丝网的支撑面（见图 1）与第三张滤纸一起使用，可得到同样的结果。将第三张滤纸放在支撑网上，两张滤纸之下，并且与试验用的滤纸一起预干燥，但是在放置前不用称量第三张滤纸，在过滤结束后扔掉。

7.2.2 玻璃纤维滤纸是易碎的，所以要小心装卸。在使用前，每张滤纸都应对着光线检查其致密性

和可能存在的瑕疵(小孔)。

7.2.3 所有称量瓶要储存在天平附近的干燥器中。

7.2.4 不要把称量瓶放在烘箱中。

8 试验步骤

8.1 仪器安装

8.1.1 在使用前,检查滤纸支撑网是否清洁。如果需要清洗,可在高沸点芳烃溶剂如甲苯中煮沸。如果清洗后仍有大于2%烧结面(即有大量肉眼可见的空隙)被颗粒物堵塞,就换新的支撑网。

8.1.2 过滤元件装配之前应该清洗和干燥。用镊子把两张预先干燥和称重的滤纸叠放在支撑网上面,带有网格特征的那面朝下,从较小编号的称量瓶中取出的那张滤纸放在底部。在卡紧前,先抽一点真空来帮助滤纸放置在中间位置,并小心地将过滤元件的上部放在滤纸上面,关闭真空旋塞。在试样进入整个过滤元件之前,通入 $100^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的蒸汽或代用热介质到整个过滤装置10min。在加入试样和过滤步骤中应始终通入蒸汽或代用热介质。

8.2 试样的加入

8.2.1 将按第7章准备的约11g残渣燃料油或10.5g调合的馏分燃料油试样倒入30ml玻璃烧杯中,称重,称精确至0.01g(见8.2.2注1)。连接真空源,并抽真空,调节绝对压力到 $40\text{kPa} \pm 2\text{kPa}$ (真空度 61.3kPa)。将烧杯中的试样(调合的馏分燃料油不用加热,残渣燃料油加热到 $100^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ (见8.2.2注2))转移到滤纸中央。重新称量烧杯,称精确至0.01g。转移的试样量应为 $10\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 。在转移过程中要小心,不要使试样与过滤器壁接触。加热超过 105°C 的残渣燃料油应终止试验,不能再使用。

8.2.2 对高粘度试样或高沉淀物含量试样,过滤时要少量加入,甚至微量滴加,尽可能地利用最大的过滤面积,但应避免未经过滤的试样沾在过滤器壁上。对低过滤速率的试样需在 $40\text{kPa} \pm 2\text{kPa}$ 压力下保持25min。如果在25min内过滤不完,则停止试验。另取 $5\text{g} \pm 0.3\text{g}$ 试样重新进行试验。如果第二次过滤在25min内仍未完成,则报告结果为“过滤时间超过25min”。

注

1 当测试残渣燃料油时,称取转移前、后烧杯加搅拌棒加温度计的质量以避免为得到试样净值所引起的误差。

2 任何可加热试样到 $100^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$,并有合适搅拌的方法都可使用。如电热板、水浴、油浴或烘箱。

8.3 滤纸的洗涤

8.3.1 当过滤结束,上层滤纸出现干燥时,继续通蒸汽和抽真空5min。切断真空源,让自来水通过盘管冷却设备。用两份 $25\text{mL} \pm 1\text{mL}$ 洗涤溶剂用带刻度的注射器或带刻度的有细小喷嘴的洗瓶仔细地洗涤上层滤纸,小心地除去粘附在过滤器上部器壁上的试样。如果试样过滤得很快,则在第一份洗涤溶剂加入之前,释放真空,以保证洗涤溶剂完全覆盖滤纸表面。然后,再慢慢施加真空继续操作。

8.3.2 小心地卸下上部过滤器部件,用相同方法再用 $10\text{mL} \pm 0.5\text{mL}$ 洗涤溶剂洗涤滤纸边缘。最后,用 $10\text{mL} \pm 0.5\text{mL}$ 正庚烷洗涤整个滤纸表面。

8.4 仪器拆卸

当上层滤纸呈现干燥时,切断真空。用镊子分别将每张滤纸转移到 $110^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 烘箱中,干燥20min,并迅速转移到第7章用过的同一编号的称量瓶中。要注意,把浅色的(即下层的)滤纸放在较小编号的称量瓶中。在冷却器中冷却至室温(5min~10min),再称重,称精确至0.0001g。

9 计算

试样的总沉淀物 $S[\%(m/m)]$,按式(1)计算:

$$S = \frac{(m_5 - m_4) - (m_3 - m_2)}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——试样的质量，g；

m_2 ——过滤前，下层滤纸的质量，g；

m_3 ——过滤后，下层滤纸的质量，g；

m_4 ——过滤前，上层滤纸的质量，g；

m_5 ——过滤后，上层滤纸的质量，g。

10 结果表示

取重复两次测定结果的平均值作为试样的热过滤法总沉淀物的结果，精确至 0.01% (m/m)。如果采用 5g 试样，则结果表示为“热过滤法总沉淀物(5g)”。如果在规定的 25min 内未完成过滤，则结果表示为“过滤时间超过 25min”。

11 精密度

按下述规定判定试验结果的可靠性(95%置信水平)。

11.1 重复性(r)

同一操作者使用同一仪器，在相同的试验条件下对同一试样进行测定所得的两个连续测定结果之差，不能超过下列数值：

$$\text{残渣燃料油} \quad r = 0.123 \sqrt{x}$$

$$\text{含有残渣组分调合的馏分燃料油} \quad r = 0.048 \sqrt{x}$$

式中 x 是试验结果的平均值。

11.2 再现性(R)

不同操作者在不同实验室对同一试样，按照同样的试验方法测定所得两个测定结果之差，不能超过下列数值：

$$\text{残渣燃料油} \quad R = 0.341 \sqrt{x}$$

$$\text{含有残渣组分调合的馏分燃料油} \quad R = 0.174 \sqrt{x}$$

式中 x 是试验结果的平均值。

注：这些精密度数据是根据 1986—1989 年试验样品经多个实验室测定所得结果的统计分析得到的，并在 1990 年首次发布。

12 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

- 注明参照的方法标准号；
- 试验样品完整鉴定的所有详情；
- 试验结果(见第 10 章)；
- 注明按协议或其他原因，与规定步骤存在的任何差别；
- 试验日期。