

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8926—2012  
代替 GB/T 8926—1988

---

## 在用的润滑油不溶物测定法

Standard test method for insolubles in used lubricating oils

2012-11-05 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 8926—1988《用过的润滑油不溶物测定法》，本标准与 GB/T 8926—1988 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 将标准名称修改为《在用的润滑油不溶物测定法》；
- 增加了第 2 章“规范性引用文件”；
- 第 3 章增加了“凝聚”术语和定义(见 3.3)；
- 在 5.2 离心机中增加了防爆要求,以确保试验的安全性；
- 本标准删除了 GB/T 8926—1988 中有关 50 mL 离心管的内容(1988 年版第 3 章、第 7 章和第 8 章),只采用 100 mL 带刻度离心管,且增加了校正 100mL 锥形离心管的内容(见 5.1)；
- 本标准在第 7 章取样中以注的形式增加“若样品是清晰和透明且明显无沉淀物,上述过滤步骤可省略”(见 7.2 后注)；
- 本标准试样与溶剂混合采用“离心管用塞子塞紧并振动直到混合物混合均匀”(见第 8 章), GB/T 8926—1988 试样与溶剂混合采用“玻璃棒搅拌试样和溶剂,使其混合均匀”(1988 年版第 7 章)；
- 本标准在试验步骤中增加了“注:当进行易燃物质操作时,出于安全考虑应使用能制冷的离心机或者使用带有螺帽和密封的离心管”(见 8.1.2 后注)；
- 增加了偏差内容(见 12.2)；
- 删除了 GB/T 8926—1988 附录 A“各种旋转直径离心机的旋转速度”,将此部分内容写入本标准第 5 章仪器中。

本标准使用重新起草法修改采用美国试验与材料协会标准 ASTM D893:2005(2010)《在用的润滑油不溶物测定法》。

本标准与 ASTM D893:2005(2010)的技术性差异及其原因如下：

- 删除了 ASTM D893:2005(2010)中 1.4 有关单位制内容的说明,因本标准单位均为国际单位制单位；
- 将 ASTM D893:2005(2010)中 1.5 警告内容放到标准正文开头,以符合国家标准编写要求；
- 为方便使用,本标准第 2 章将 ASTM D893:2005(2010)中的引用标准修改为相应的我国现行国家标准和行业标准:将 ASTM D1193《试剂水的规格》修改为 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》、ASTM D4057《石油和石油产品手工取样法》修改为 GB/T 4756《石油液体手工取样法》、将 ASTM D4177《石油和石油产品自动取样法》修改为 SY/T 5317《石油液体管线自动取样法》；
- 为了符合国家标准编写要求,将 ASTM D893:2005(2010)中的第 5 章意义和用途内容作为本标准的引言,随后章条序号作相应修改；
- 在“5.1 离心管”后增加“注:日常分析时也可使用由耐热玻璃制成的,容量为 100 mL 带刻度的普通离心管”,ASTM D893:2005(2010)只采用 100 mL 锥形、带刻度离心管,因普通离心管可同样满足日常分析的测定要求,且更易获得；
- 在 5.2 离心机中增加了防爆要求,以确保试验的安全性；
- 在第 5 章仪器中增加了“5.5 量筒:带刻度,容量为 100 mL”,便于试验操作；
- 本标准使用“95%乙醇”(见 6.4)代替 ASTM D893:2005(2010)中 7.4 的“变性乙醇”,两种试

**GB/T 8926—2012**

剂性能一致；

——删除了 ASTM D893:2005(2010)中的第 14 章关键词,因该部分内容不属于国家标准的内容。

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。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会润滑油换油指标分技术委员会(SAC/TC 280/SC 6)归口。

本标准起草单位:中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院。

本标准主要起草人:陈洁、杨婷婷、郭涛。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 8926—1988。

## 引 言

正戊烷不溶物可以包括某些从油和(或)添加剂分解产生的油不溶物和某些油不溶胶质。

甲苯不溶物可能来自:(1)外部污染;(2)从燃料、油品和添加剂分解产生的碳和高度碳化的物质;或(3)发动机磨损和腐蚀的物质。

正戊烷不溶物、甲苯不溶物(加或不加凝聚剂)和不溶胶质的显著变化,是导致润滑系统出现问题的原因之一。

测得的不溶物也能帮助评价在用油的性能或帮助确定引起设备故障的原因。

## 在用的润滑油不溶物测定法

**警告:**本标准涉及某些有危险性的材料、操作和设备,但是无意对与此有关的所有安全问题都提出建议。因此,使用者在应用本标准之前应建立适当的安全和保护措施,并确定相关规章限制的适用性。

### 1 范围

1.1 本标准规定了测定在用的润滑油中正戊烷不溶物和甲苯不溶物的两种方法。

1.2 本标准方法 A 适用于在用润滑油不加凝聚剂的正戊烷不溶物和甲苯不溶物的测定。本方法采用离心法将油—溶剂混合物中不溶物分离开。

1.3 本标准方法 B 适用于含有清净分散剂的在用润滑油,测定加入凝聚剂的凝聚后正戊烷不溶物和凝聚后甲苯不溶物。除方法 A 分离的物质外,本方法还可分离一些细小的可能悬浮在油中的物质。

注:由于方法 A 和方法 B 经常得出不同的数值,因此,由方法 A 和方法 B 得到的结果不适于互相比较。当对一个样品定期测定结果进行比较,或比较两个或更多实验室的测定结果时,使用同一方法。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998, eqv ISO 3170:1988)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)

SY/T 5317 石油液体管线自动取样法(SY/T 5317—2006, ISO 3171:1988, IDT)

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**正戊烷不溶物** *pentane insolubles*

在用油的分析中,在用油与正戊烷混合后,分离出来的物质。

注:在本标准中,分离的方法采用离心法。

#### 3.2

**甲苯不溶物** *toluene insolubles*

在用油的分析中,正戊烷不溶物中不溶解于甲苯的物质。

#### 3.3

**凝聚** *coagulate*

造成物质黏性和稠度发生改变成为黏稠物质的现象。

#### 3.4

**凝聚后正戊烷不溶物** *coagulated pentane insolubles*

在用油的分析中,将凝聚剂加入正戊烷和在用油中后,分离出来的物质。

注:凝聚剂的加入使一些细小的物质分离出来,这些物质原本由于油中清净分散剂的特性悬浮于油中。

#### 3.5

**凝聚后甲苯不溶物** *coagulated toluene insolubles*

在用油的分析中,经凝聚并分离出来的不溶于正戊烷和甲苯的物质。

3.6

**不溶胶质 insoluble resins**

在用油的分析中,分离出来的溶于甲苯、但不溶于正戊烷的物质。

注:可以采用方法 A 或方法 B 从正戊烷不溶物中减去甲苯不溶物计算得到。

3.7

**在用油 used oil**

装入设备(如发动机、齿轮箱、变压器或涡轮机)中的油品,无论该设备是否运转过。

注:本标准中是指已用于设备润滑的油品。

4 方法概要

4.1 方法 A

将一份有代表性的在用润滑油试样与正戊烷混合,离心分离后,倾倒入上层油溶液,用正戊烷洗涤沉淀物两次,干燥,再称重,得到正戊烷不溶物。测甲苯不溶物时,把另一份试样与正戊烷混合,并离心分离;将沉淀物用正戊烷洗涤两次,用甲苯-乙醇溶液洗涤一次,再用甲苯洗涤一次,然后干燥不溶解物质,并称重,得到甲苯不溶物。

4.2 方法 B

将一份有代表性的在用润滑油试样与正戊烷-凝聚剂溶液混合,离心分离后,用正戊烷洗涤沉淀物两次,干燥,再称重,得到凝聚后的正戊烷不溶物。测凝聚后的甲苯不溶物时,把另一份试样与正戊烷-凝聚剂溶液混合,并离心分离;将沉淀物用正戊烷洗涤两次,用甲苯-乙醇溶液洗涤一次,再用甲苯洗涤一次,然后干燥不溶解物质,并称重,得到凝聚后的甲苯不溶物。

5 仪器

5.1 离心管:锥形,尺寸应符合图 1 要求,由耐热玻璃制成。刻度要求见图 1,刻度应清晰,且收缩嘴应能用木塞塞紧。刻度误差和各种校正标记的最小刻度见表 1,离心管应使用 20 °C 蒸馏水进行校正。

注:日常分析也可使用由耐热玻璃制成的,容量为 100 mL 带刻度的普通离心管。

5.2 离心机:防爆,应能满足正常使用的所有安全要求。在一定的速度下能旋转两个或更多的装有试样的离心管,这个速度应能控制在离心管末端给出 600~700 相对离心力(rcf)。旋转头、耳轴环和耳轴杯(包括橡胶垫)应该有良好的结构,以承受离心机的最大离心力。离心时,耳轴杯和橡胶垫应能坚固地支撑着离心管。离心机应该由一个坚固的金属挡板或盒子围起来,避免发生危险。离心机旋转头的转速  $n(r/min)$ 按式(1)计算:

$$n = 1337 \sqrt{rcf/d} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

rcf —— 相对离心力 600~700;

$d$  —— 旋转直径,在旋转时两个相对离心管末端之间的距离,单位为毫米(mm)。

表 2 给出了离心机旋转直径和旋转速度的对应关系。

5.3 烘箱:防爆,能维持温度在 105 °C ± 3 °C。

5.4 天平:称量 100 mL 烧杯和离心管时,天平感量为 0.5 mg。称量试样时,天平感量为 0.1 g。

## 5.5 量筒：带刻度，容量为 100 mL。

单位为毫米

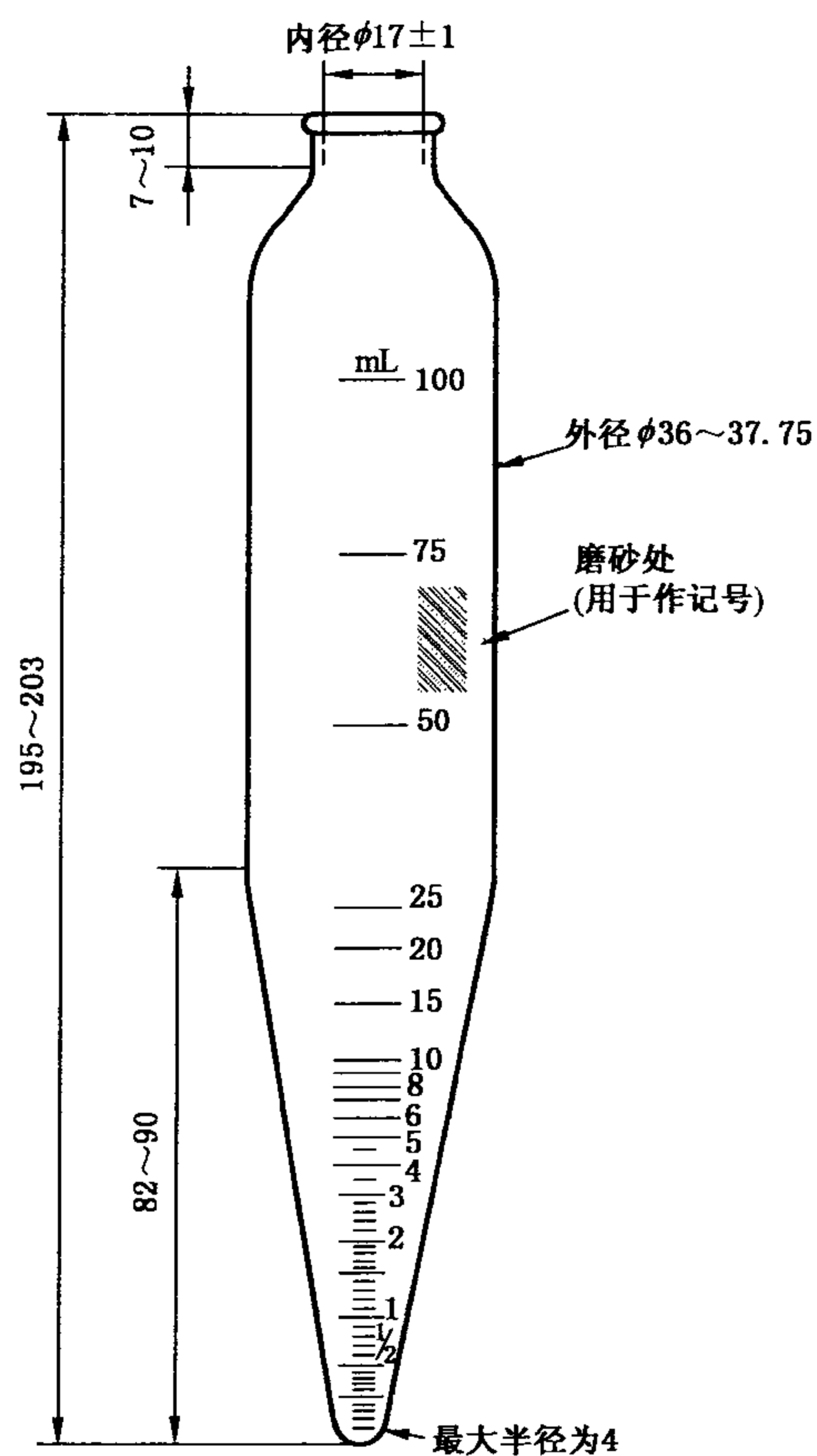


图 1 锥型离心管

表 1 锥型离心管校正误差

范围/mL	最小刻度刻线/mL	刻度最大允许误差/mL
0~0.1	0.05	±0.02
>0.1~0.3	0.05	±0.03
>0.3~0.5	0.05	±0.05
>0.5~1.0	0.1	±0.05
>1.0~2.0	0.1	±0.10
>2.0~3.0	0.2	±0.10
>3.0~5.0	0.5	±0.20
>5.0~10.0	1.0	±0.50
>10~25	5.0	±1.0
>25~100	25.0	±1.0

表 2 适用于不同旋转直径离心机的旋转速度

旋转直径 <sup>a</sup> /mm	在相对离心力为 600 时的转速/(r/min)	在相对离心力为 700 时的转速/(r/min)
483	1 490	1 610
508	1 450	1 570
533	1 420	1 530
559	1 390	1 500

<sup>a</sup> 表示旋转直径,两个相对离心管末端之间的距离(mm)。

## 6 试剂与材料

6.1 试剂的纯度:除特殊要求外,本标准使用的试剂纯度为分析纯。

6.2 水:应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的要求。

6.3 正丁基二乙醇胺:作为凝聚剂。

**警告:**如果吸入或吞咽对身体有害。

6.4 95%乙醇。

**警告:**易燃。

6.5 正戊烷。

**警告:**极易燃,蒸气会造成着火。

6.6 异丙醇。

**警告:**易燃。

6.7 甲苯。

**警告:**易燃,蒸气有害。

6.8 甲苯-乙醇溶液:洗涤溶液,1 体积甲苯与 1 体积 95%乙醇溶剂混合而成。

**警告:**易燃。

6.9 正戊烷-凝聚剂溶液:将 50 mL 正丁基二乙醇胺和 50 mL 异丙醇加入 1 L 正戊烷溶剂中混合而成。

**警告:**由于在用油在贮存时可能发生明显的变化,因此,样品应该在从润滑系统中取出后尽快进行试验,并应注明取样时间和试验日期。

## 7 取样

7.1 除非另有规定,取样应按照 GB/T 4756 或 SY/T 5317 进行。

7.2 将在用油在原装容器中加热至  $60\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,摇动直到所有沉淀物在油中均匀地悬浮。如果原装容器是不透明材料制成,或如果装样量已超过容器的四分之三体积,则将全部样品转移到一个至少比样品体积大三分之一的透明玻璃瓶中,剧烈地摇动原装容器中的样品,将所有痕量沉淀物从原装容器转移到透明玻璃瓶中。在所有沉淀物完全悬浮起来后,用一个  $150\text{ }\mu\text{m}$  滤网过滤全部样品或适量试样,以除去大的污染颗粒。

**注:**若样品是清晰和透明且明显无沉淀物,上述过滤步骤可省略。

## 8 方法 A:不加凝聚剂的正戊烷和甲苯不溶物

### 8.1 正戊烷不溶物

8.1.1 将一个清洁的离心管放到  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$  烘箱中干燥 30 min,在干燥器中冷却,并称重,精确至 1 mg。将已准备好的  $10.0\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$  试样加入离心管中,并在离心管中加入正戊烷,使其充满至 100 mL 刻线处,离心管用塞子塞紧并振动直到混合物混合均匀。不要将混合物放置时间超过 3 h。

8.1.2 打开塞子,使用带有喷嘴的洗瓶,用最少量的正戊烷清洗塞子上的不溶物到离心管中。平衡每一对已充满试样和溶剂的离心管的质量,将离心管放入离心机两对称的旋转头中,在按式(1)计算所得相对离心力为 600~700 时对应离心机旋转头的转速下(见表 2),离心  $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。在不扰动或分散沉淀物的条件下,倾倒上层清液,使留在离心管中的液体不超过 3 mL。

注:当进行易燃物质操作时,出于安全考虑应使用能制冷的离心机或者使用带有螺帽和密封的离心管。

8.1.3 在离心管中加入  $10\text{ mL}\pm 1\text{ mL}$  正戊烷。用干净金属丝将离心管底部所有不溶物破碎并松动,用适量正戊烷冲洗黏附在金属丝上的不溶物到离心管中,直至充满离心管 50 mL 刻线处。在离心管上塞紧塞子并振动直到混合物混合均匀。打开塞子用最少量的正戊烷清洗塞子上的不溶物到离心管中。平衡每一对离心管的质量,将离心管放入离心机两对称的旋转头中,在按式(1)计算所得相对离心力为 600~700 时对应离心机旋转头的转速下(见表 2),离心  $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。小心地倒出上层清液,避免搅动离心管底部的不溶物。

8.1.4 重复 8.1.3 规定的试验步骤。

8.1.5 将含有洗涤过沉淀物的离心管放入  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$  烘箱中干燥 30 min,在干燥器中冷却并称重,精确至 1 mg。

8.1.6 当沉淀物较重时,如果将离心管直接放到烘箱中,可能会有飞溅现象。在这种情况下,离心管在放入烘箱之前,沉淀物可以在室温或稍高温度下自然地进行局部干燥。

### 8.2 甲苯不溶物

8.2.1 取一份新试样,重复 8.1.1~8.1.4 试验步骤,沉淀并离心分离正戊烷不溶物,但不要对离心管中正戊烷不溶物进行干燥。

8.2.2 将  $10\text{ mL}\pm 1\text{ mL}$  甲苯-乙醇溶液加入离心管中,用干净金属丝将离心管底部所有不溶物破碎并松动,用适量甲苯-乙醇溶液冲洗黏附在金属丝上的不溶物到离心管中,直至充满离心管 50 mL 刻线处。在离心管上塞紧塞子并振动直到混合物混合均匀。打开塞子,用最少量的甲苯冲洗塞子上的不溶物到离心管中。平衡每一对离心管的质量,将离心管放入离心机两对称的旋转头中,在按式(1)计算相对离心力为 600~700 时对应离心机旋转头的转速下(见表 2),离心  $10\text{ min}\sim 20\text{ min}$ ,直到没有可见的悬浮物浮在溶液中。小心地倒出离心管上层清液,注意不要扰动沉淀物。

8.2.3 用甲苯代替甲苯-乙醇溶液,重复 8.2.2 试验步骤。

8.2.4 将离心管放入  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$  烘箱中干燥 1 h,在干燥器中冷却并称重,精确至 1 mg。

## 9 方法 B:加凝聚剂的凝聚后正戊烷不溶物和凝聚后甲苯不溶物

### 9.1 凝聚后正戊烷不溶物

9.1.1 按照 8.1.1 和 8.1.2 试验步骤进行试验,只是在 8.1.1 试验步骤中用正戊烷处改用正戊烷-凝聚剂

溶液。用正戊烷按 8.1.3 和 8.1.4 洗涤沉淀物两次,按 8.1.5 干燥并称重离心管。

9.1.2 如果知道试样中含有水,或者胶质沉淀物中有水,试验前应先 将试样放到开口烧杯中,在 105℃±3℃烘箱中进行干燥后对试样进行测定。

### 9.2 凝聚后甲苯不溶物

按照 8.1.1 和 8.1.2 试验步骤进行试验,只是在 8.1.1 试验步骤中用正戊烷处改用正戊烷-凝聚剂溶液。用正戊烷按 8.1.3 和 8.1.4 洗涤沉淀物两次,按照 8.2.2 和 8.2.3 用甲苯-乙醇溶液和甲苯洗涤沉淀物,按 8.2.4 干燥并称重离心管。

## 10 计算

10.1 在用油中的不溶物(质量分数) $w(\%)$ ,按式(2)计算:

$$w = 10(B - A) \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- A —— 清洁、干燥的空离心管质量,单位为克(g);
- B —— 干燥后不溶物和离心管的质量,单位为克(g)。

## 11 结果表示

- 11.1 如果使用方法 A(见第 8 章),则报告试样的正戊烷不溶物和甲苯不溶物,用质量分数(%)表示。
- 11.2 如果使用方法 B(见第 9 章),则报告试样的凝聚后正戊烷不溶物和凝聚后甲苯不溶物,用质量分数(%)表示。
- 11.3 不溶胶质或凝聚后不溶胶质可以根据方法 A 或方法 B 报告,即正戊烷不溶物中减去甲苯不溶物来表示。

## 12 精密度和偏差

### 12.1 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%的置信水平)。

#### 12.1.1 重复性, $r$

在同一实验室,由同一操作者使用同一仪器,按相同方法,对同一试样连续测定所得的两个试验结果之差,不应超过下列数值:

12.1.1.1 方法 A 正戊烷不溶物和方法 B 凝聚后正戊烷不溶物(见表 3)。

表 3

不溶物(质量分数)/%	重复性(质量分数)/%
0.0~1.0	0.07
>1.0	平均值的 10%

12.1.1.2 方法 A 甲苯不溶物和方法 B 凝聚后甲苯不溶物(见表 4)。

表 4

不溶物(质量分数)/%	重复性(质量分数)/%
0.1	0.068
0.2	0.097
0.3	0.12
0.4	0.14
0.5	0.15
0.6	0.17
0.7	0.18
0.8	0.19

注：甲苯不溶物和凝聚后甲苯不溶物的重复性数据由式(3)计算：

$$r = 0.216\sqrt{I} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

$I$ ——甲苯不溶物的平均值或凝聚后甲苯不溶物的平均值。

#### 12.1.2 再现性, $R$

在不同实验室,不同操作者使用不同的仪器,按相同方法,对同一试样测定所得的两个单一、独立的结果之差,不应超过下列数值:

12.1.2.1 方法 A 正戊烷不溶物和方法 B 凝聚后正戊烷不溶物(见表 5)。

表 5

不溶物(质量分数)/%	再现性(质量分数)/%
0.0~1.0	0.10
>1.0	平均值的 15%

12.1.2.2 方法 A 甲苯不溶物(见表 6)。

表 6

不溶物(质量分数)/%	再现性(质量分数)/%
0.1	0.14
0.2	0.20
0.3	0.24
0.4	0.28
0.5	0.31
0.6	0.34
0.7	0.37

表 6 (续)

不溶物(质量分数)/%	再现性(质量分数)/%
0.8	0.39
0.9	0.42
1.0	0.44
1.1	0.46

注：甲苯不溶物的再现性数据由式(4)计算：

$$R_1 = 0.441 \sqrt{I_A} \dots\dots\dots(4)$$

式中：

$I_A$ ——甲苯不溶物的平均值。

12.1.2.3 方法 B 凝聚后甲苯不溶物(见表 7)。

表 7

不溶物(质量分数)/%	再现性(质量分数)/%
0.1	0.30
0.2	0.43
0.3	0.53
0.4	0.60
0.5	0.68
0.6	0.74
0.7	0.80
0.8	0.86
0.9	0.91
1.0	0.96
1.1	1.00

注 1：凝聚后甲苯不溶物的再现性数据由式(5)计算：

$$R_2 = 0.957 \sqrt{I_B} \dots\dots\dots(5)$$

式中：

$I_B$ ——凝聚后甲苯不溶物的平均值。

注 2：由于本标准这部分实验室之间的精密度(再现性  $R_2$ )较差,因此方法 B 凝聚后甲苯不溶物结果不适合进行实验室之间结果的比较。

12.2 偏差

由于不溶物的质量分数仅在本标准中定义,因此,本方法试验步骤无偏差。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
在用的润滑油不溶物测定法  
GB/T 8926—2012

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字  
2013年3月第一版 2013年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-46017

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 8926-2012