

汽油氧化安定性测定法 (诱导期法)

Gasoline—Determination of oxidation stability —Induction period method

本方法适用于测定在加速氧化条件下汽油的氧化安定性。可用诱导期来表示车用汽油在贮存时生成胶质的倾向。但是，在不同的贮存条件下和对不同的汽油，其诱导期和在贮存时生成胶质的相互关系可能有显著差别。

1 方法概要

试样在氧弹中氧化，此氧弹先在15~25℃下充氧至689千帕(100磅/英寸²)，然后加热至98~102℃之间。按规定的时间间隔读取压力，或连续记录压力，直至到达转折点。试样到达转折点所需要的时间即为试验温度下的实测诱导期。由此实测诱导期就可以计算100℃时的诱导期。

2 定义

2.1 转折点：压力-时间曲线上的一点，是在15分钟以内压力降达到13.8千帕(2磅/英寸²)，而且再继续15分钟压力降不小于13.8千帕(2磅/英寸²)的开始下降的那一点。

2.2 诱导期：从氧弹放入100℃浴中至转折点之间所经过的时间，以分钟表示。

3 仪器

3.1 氧弹、玻璃样品瓶和盖子、附件、压力表和氧化浴：见附录A。

3.2 温度计：规格见附录B。

3.3 量筒：50毫升。

4 试剂

4.1 甲苯：化学纯。

4.2 丙酮：化学纯。

4.3 胶质溶剂：等体积甲苯和丙酮的混合物。

注意：甲苯有毒，为挥发性碳氢化合物，吸入其蒸气或皮肤接触其液体会吸入体内。应避免皮肤接触，并在良好的通风条件下使用。

5 准备工作

5.1 用胶质溶剂洗净样品瓶中的胶质，再用水充分冲洗，并把样品瓶和盖子浸泡在热的去垢剂清洗液中。用不锈钢镊子从清洗液中取出样品瓶和盖子，而且以后只能用镊子持取。先用自来水，再用蒸馏水充分洗涤，最后在100~150℃的烘箱中至少干燥1小时。

注：去垢清洗液可任意选择。衡量去垢清洗液是否满意的标准是和铬酸洗液清洗后的质量相比较(用新配的铬酸洗液浸泡同样使用过的样品瓶和盖子6小时，用蒸馏水清洗并干燥)。可以用目测外观的方法和在试验条件下玻璃器皿的加热重量损失来对两者进行比较。

5.2 倒净氧弹里的汽油，先用一块干净的、被胶质溶剂润湿的布，再用一块清洁的干布把氧弹和盖子的内部擦净。用胶质溶剂洗去填杆和弹柄之间环状空间里的胶质或汽油。有时需从弹柄中取出填杆，并仔细地清洗弹柄和填杆；还要清洗所有连接到氧弹的管线。在每次试验开始前，氧弹和所有连接管线都应进行充分干燥。

6 试验步骤

6.1 使氧弹和待试验的汽油温度达到 $15 \sim 25^{\circ}\text{C}$ ，把玻璃样品瓶放入弹内，并加入 50 ± 1 毫升试样。盖上样品瓶，关紧氧弹，并通入氧气直至表压达到 $689 \sim 703$ 千帕 ($100 \sim 102$ 磅/英寸²) 时止。让氧弹里的气体慢慢放出以冲走弹内原有的空气（注意：要慢慢而匀速地放掉氧弹内的压力，每次释放时间不应少于15秒）。再通入氧气直至表压达 $689 \sim 703$ 千帕 ($100 \sim 102$ 磅/英寸²)，并观察泄漏情况，对于开始时由于氧气在试样中的溶解作用而可能观察到的迅速的的压力降（一般不大于 41.4 千帕即 6 磅/英寸²）可不予考虑。如果在以后的10分钟内压力降不超过 6.89 千帕 (1 磅/英寸²)，就假定为无泄漏，可进行试验而不必重新升压。

6.2 把装有试样的氧弹放入剧烈沸腾的水浴中，应小心避免摇动，并记录浸入水浴的时间作为试验的开始时间。维持水浴的温度在 $98 \sim 102^{\circ}\text{C}$ 之间。在试验过程中，按时观察温度，读至 0.1°C ，并计算其平均温度，取至 0.1°C ，作为试验温度。连续记录氧弹内的压力，如果用一个指示压力表，则每隔15分钟或更短的时间记一次压力读数。如果在试验开始的30分钟内，泄漏增加（由15分钟内稳定压力降大大超过 13.8 千帕即 2 磅/英寸² 来判断），则试验作废。继续试验，直至到达转折点，即先出现15分钟内压力降达到 13.8 千帕 (2 磅/英寸²)，而在下一个15分钟内压力降不小于 13.8 千帕 (2 磅/英寸²) 的一点。

注：如果试验地区的大气压一贯低于 101.3 千帕 (760 毫米汞柱)，则允许往水里加较高沸点的液体，如乙二醇，使水浴的温度维持在 $98 \sim 102^{\circ}\text{C}$ 。

6.3 记录从氧弹放入水浴直至到达转折点的分钟数作为试验温度下的实测诱导期。

6.4 先冷却氧弹，然后慢慢地放掉氧弹内的压力，清洗氧弹和样品瓶。为下次试验作好准备（注意：要慢慢地放掉氧弹内的压力，每次释放的时间不少于15秒）。

7 计算

7.1 如果试验温度高于 100°C ，则试样 100°C 时的诱导期 x (分钟) 按式 (1) 计算：

$$x = x_1 (1 + 0.101 \Delta t) \dots\dots\dots (1)$$

7.2 如果试验温度低于 100°C ，则试样 100°C 时的诱导期 x (分钟) 按式 (2) 计算：

$$x = \frac{x_1}{(1 + 0.101 \Delta t)} \dots\dots\dots (2)$$

式中： x_1 ——试验温度下的实测诱导期，分钟；

Δt ——试验温度和 100°C 之间的代数差；

0.101 ——常数。

8 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性 (95%置信水平)。

8.1 重复性：同一操作者，用同一台仪器，连续试验所得两个结果与其算术平均值之差，不应超过其算术平均值的 5%。

8.2 再现性：不同操作者，在不同试验室进行试验，所得两个结果与其算术平均值之差，不应超过其算术平均值的 10%。

9 报告

取重复测定两个结果的算术平均值，作为试样的诱导期。

附 录 A
仪 器
(补充件)

A.1 氧弹

氧弹应由不锈钢制成。其容纳汽油-氧气反应混合物部分的内部尺寸基本上与图 A 1 所示相符。为便于清洗和防止腐蚀,氧弹和盖子的内表面应具有高的光洁度。其他的结构细节,如关闭方法、垫片的材料和外部尺寸等,只要遵守以下的规定,均可任意选用。

A.1.1 氧弹的结构应在 100℃ 下承受 1241 千帕 (180 磅/英寸²) 的工作压力,其极限强度至少和 18% 铬、8% 镍合金制成的氧弹相等。

A.1.2 当氧弹在 15~25℃ 下充氧到 689 千帕 (100 磅/英寸²) 并浸入水浴时,氧弹的闭合部分应能形成密封而不泄漏。如果锁环和弹体这两部分相配合的螺纹在扣紧时相互有移动,则锁环最好采用与弹体不同的合金钢来制做。

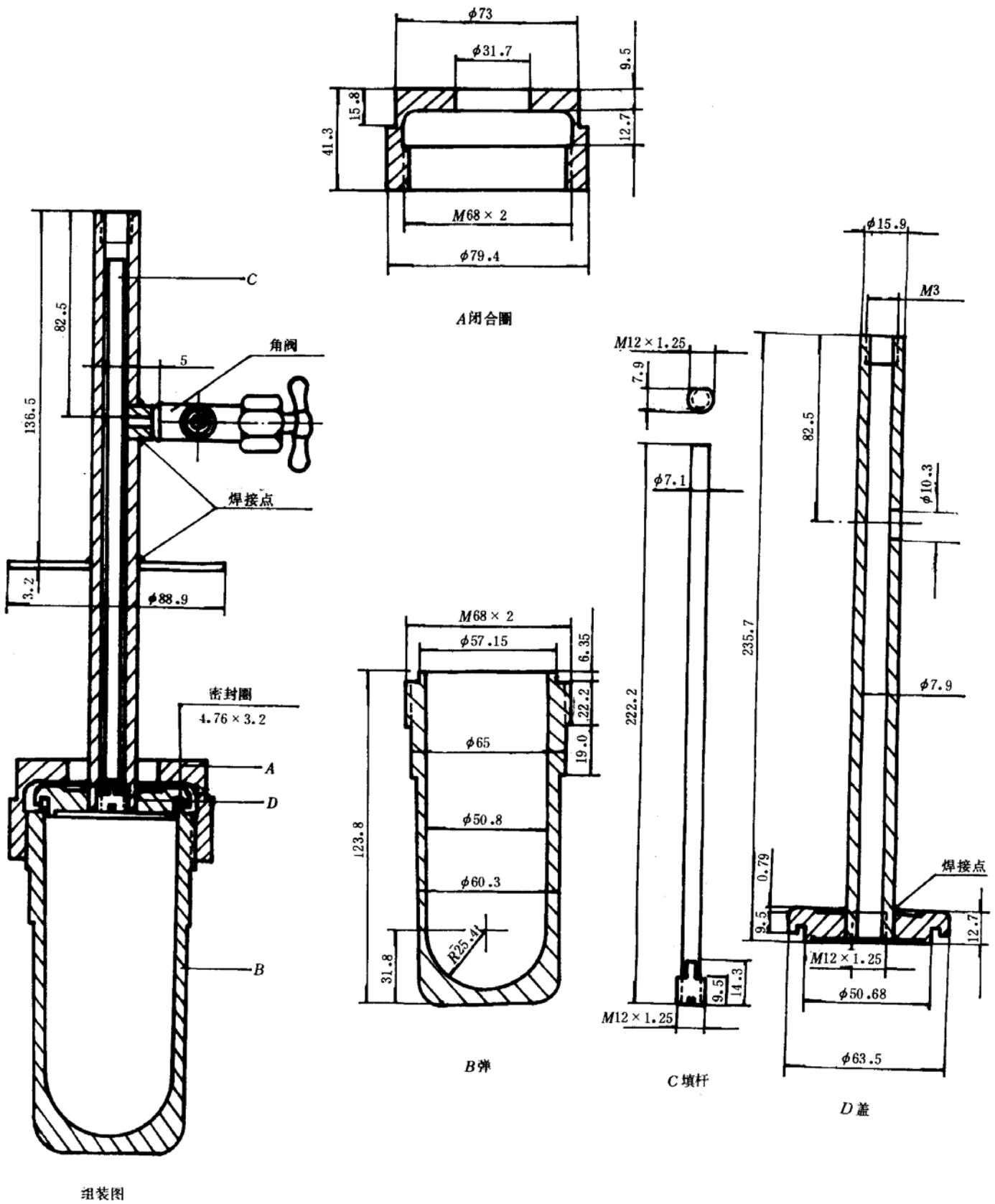


图 A1 汽油氧化安定性试验用氧弹

A.2 垫片

凡能通过下面试验合适的垫片材料均能使用。在没有汽油的氧弹中，放一块垫片进行试验，并用相同的垫片和盖子密封。使氧弹充氧至 689 千帕（100 磅/英寸²）压力，并浸入 100℃ 水浴中。如果水浴温度恒定在 $\pm 1^\circ\text{C}$ ，在 24 小时内压力从最大值下降不超过 13.8 千帕（2 磅/英寸²），则认为此垫片能满足要求。

A.3 玻璃样品瓶和盖子

应符合图 A 2 所示的尺寸。盖子的作用是阻止通过弹柄回流来的物质进入样品，但不妨碍氧气自由地接触样品。

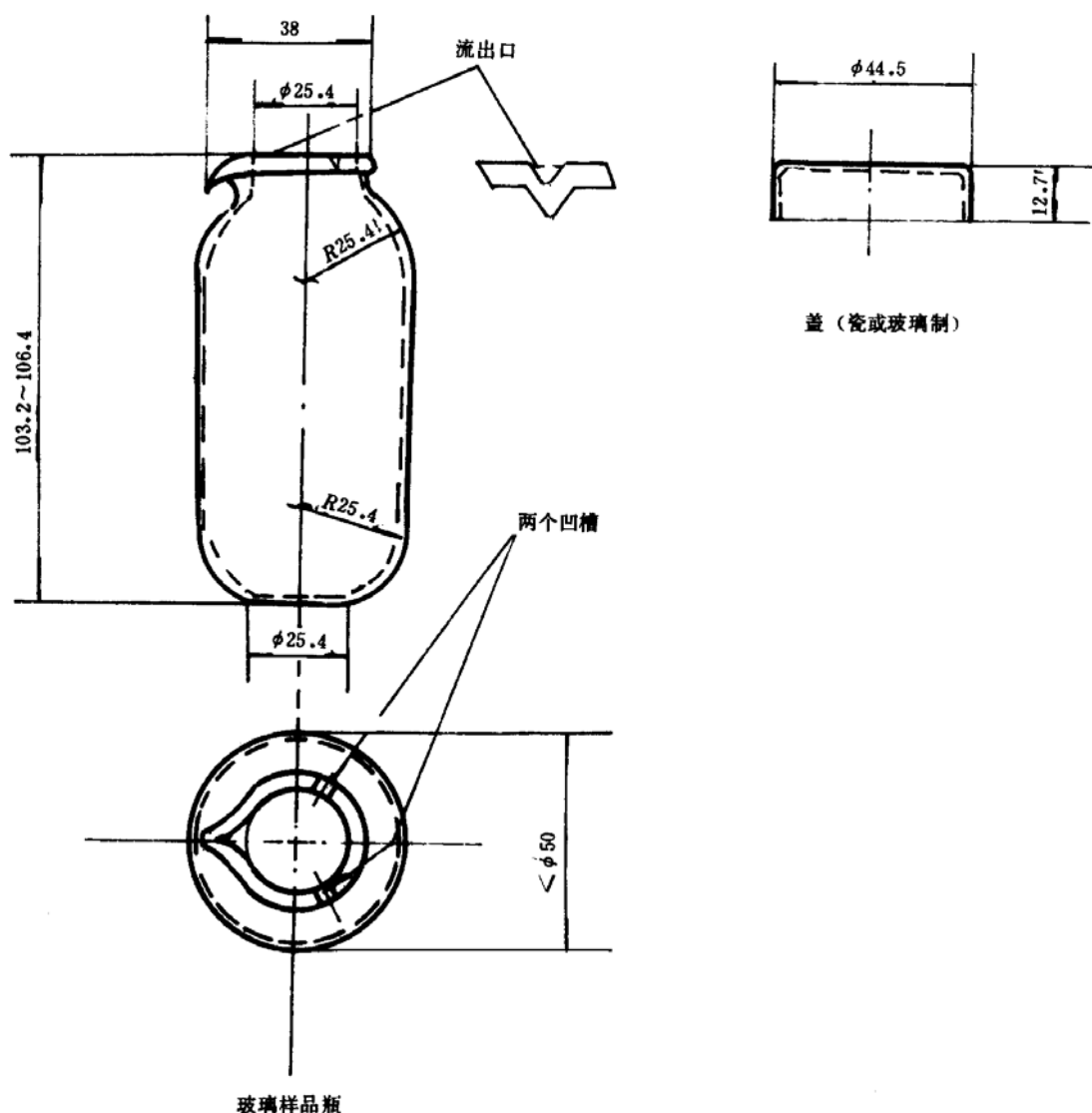


图 A 2 样品瓶和盖

注：样品瓶口部 V 形凹槽，其中一个必须有足够的凹度作为倾倒口。

A.4 弹柄

带有填杆的弹柄应由与氧弹盖子相同的材料制成，其尺寸如图 A 1 所示。为便于清洗和防止腐蚀，填杆和弹柄内部应具有高的光洁度。弹柄上应装上一个直径为 89 毫米的圆形金属板（其位置如图 A 1 所示），可在氧弹放入水浴时作封闭水浴用。

A.5 连接件

应按图 A 1 所示, 把一个压力表和一个不漏气的针形阀连接到弹柄上。为便于氧气进入氧弹, 可以使用轮胎阀。

A.6 压力表

可以使用读数至少到 1379 千帕 (200 磅/英寸²) 指示型或记录型压力表。当沿弧形刻度测量时, 在 689~1379 千帕 (100~200 磅/英寸²) 的刻度之间的任一 345 千帕 (50 磅/英寸²) 间隔均应至少为 25.4 毫米。分度间隔不应小于 34.5 千帕 (5 磅/英寸²), 准确度应为总刻度范围的 1% 或小于 1%。压力表可以直接连接到氧弹上, 也可由满足上述压力要求的挠性金属管或热塑性管 (聚乙烯尼龙管) 连接到氧弹上。挠性管、接头和装上填杆的总容积不应超过 30 毫升。

A.7 针形阀

经过精细加工能够灵活开关的控制阀, 由一个精细加工的锥形针对着一个孔组装而成, 用于氧气的充压和排放。

A.8 氧化浴

放一个氧弹的水浴容量不应小于 18 升, 如放多个氧弹, 则每增加一个氧弹就应增加 8 升容量, 且水浴的尺寸应保持浴液的深度不小于 290 毫米。水浴顶部应有直径合适的开孔以容纳氧弹, 并与固定在弹柄上的盖板相配。应备有一温度计, 要很好地固定其位置使温度计的 97℃ 刻线处在水浴盖之上。在氧弹放入后, 氧弹的盖顶至少浸入浴液表面以下 50 毫米。当氧弹不在水浴时, 需要用辅助的盖子盖住开孔。水浴应备有冷凝器和热源, 以维持浴液的剧烈沸腾。

附 录 B
温 度 计 规 格
(补充件)

规 格 项 目	要 求
温度范围, °C	95 ~ 103
对试验 98.9°C 时浸入, 毫米	全 浸
分度, °C	0.1
每长刻度线, °C	0.5
刻度误差 (最大), °C	0.1
扩大小室允许加热到, °C	155
全长, 毫米	270 ~ 280
杆外径, 毫米	6.0 ~ 8.0
水银球长度, 毫米	25 ~ 35
水银球外径, 毫米	不小于 5, 但不大于杆外径
水银球底部到 95°C 刻线处距离, 毫米	135 ~ 150
刻度部分长度, 毫米	70 ~ 100
收缩小室	
水银球底部到收缩小室顶部距离, 毫米	60 (最大)
杆的扩大部分外径, 毫米	8.0 ~ 10.0
杆的扩大部分长度, 毫米	4.0 ~ 7.0
杆的扩大部分到底部的距离, 毫米	112 ~ 116

附 录 C
预 防 说 明
(补充件)

C.1 汽油 (包括加铅汽油)、胶质溶剂、甲苯

危险: 极易燃, 蒸气吸入有危害, 蒸气遇火花会着火。含铅汽油含有有毒的铅抗爆化合物, 通过皮肤吸收有危害。应远离热源、火花和明火。要在良好的通风条件下使用。应避免油蒸气的积聚, 要消除一切火种, 尤其要消除各种不防爆的电气设备和加热器。应避免长时间放出蒸气或喷雾。要避免长时间反复地接触皮肤。

C.2 洗涤剂

注意: 内服有危害。连续使用会引起皮肤干裂。需要时可戴上橡皮手套和涂些护肤脂。

C.3 铬酸洗液

危险: 会引起严重烧伤。是一种公认的致癌物。是一种强氧化剂, 与有机物接触会着火, 且有吸湿性。切勿溅到眼睛内、皮肤和衣服上。应避免放出蒸气或雾。要保持密闭。要在良好的通风条件下使用。切忌内服。处理后要彻底清洗。

附加说明:

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由石油二厂负责起草。

本标准主要起草人王永祺、陈西典。

本标准等效采用美国试验与材料协会标准 ASTM D 525—80《汽油氧化安定性测定法 (诱导期法)》制订。