

《烃类溶剂贝壳松脂丁醇值测定法》编制说明

1 工作简况

1.1 任务来源

根据国家标准化管理委员会于2023年12月28日下达的《2023年国家标准计划的通知》要求，由中国石油天然气股份有限公司兰州石化分公司牵头组织修订GB/T 11134-1989《烃类溶剂贝壳松脂丁醇值测定法》国家标准。计划编号为《20232109-T-469》，项目周期16个月。

1.2 起草单位

本标准由中国石油天然气股份有限公司兰州石化分公司负责起草。参加单位有广东省惠州市石油产品质量监督检验中心、山东省产品质量检验研究院、辽宁省产品质量监督检验院、中石化石油化工科学研究院有限公司。

1.3 主要工作过程

2024年2月，确定了标准修订方案，并组建了标准起草工作组，确定了试验方案。

2024年3月-5月，收集有代表性的样品，组织试验人员进行了试验考察，确定试验条件。

2024年6月-8月，编制精密度试验方案，确定精密度试验样品，开展精密度试验，进行精密度计算确定精密度，并进行修订前后结果对比试验。

2024年9月完成GB/T 11134-XX《烃类溶剂贝壳松脂丁醇值测定法》修订标准征求意见稿和编制说明。

1.4 主要起草人及其所做工作

朱冬梅，中国石油天然气股份有限公司兰州石化分公司，负责制定标准修订方案、原文翻译、精密度试验方案设计和试验、精密度数据汇总统计、编写标准文本和编制说明征求意见稿、处理专家意见等。

裴鑫杰，中国石油天然气股份有限公司兰州石化分公司，负责制定标准修订方案和精密度试验方案、审查标准征求意见稿和编制说明。

宋丹，中国石油天然气股份有限公司兰州石化分公司，负责译文校对、标准征求意见稿和编制说明的审查和修改、参与精密度试验方案设计和试验。

冷昊泽，中国石油天然气股份有限公司兰州石化分公司，负责标准征求意见稿和编制说明的审查和修改、参与精密度试验方案设计和试验。

刘慧琴，广东省惠州市石油产品质量监督检验中心，参与精密度试验。

夏攀登，山东省产品质量检验研究院，参与精密度试验。

王硕，辽宁省产品质量监督检验院，参与精密度试验。

赵玥，中石化石油化工科学研究院有限公司，参与精密度试验方案设计及精密度数据的处理。

2 国家标准编制原则和确定国家标准主要内容

2.1 标准修订目的和意义

贝壳松脂丁醇值（KB值）是衡量溶剂溶解能力的一种定量指标，是目前国际公认的测定油漆、清漆及相关产品中溶剂相对溶解能力的方法，KB值越大说明溶剂溶解能力越强。

目前烃类溶剂贝壳松脂丁醇值测定采用的GB/T 11134-1989《烃类溶剂贝壳松脂丁醇值测定法》是由兰州炼油化工总厂（现中国石油天然气股份有限公司兰州石化分公司）负责起草。自发布以来，GB/T 11134-1989 被

各类烃类溶剂产品标准广泛引用，包括GB/T 17602-2018《工业己烷》、GB 1922-2006《油漆及清洗用溶剂油》、HG/T 5532-2019《工业用烷烃清洗剂》、MH/T 6043-2015《溶剂型航空器零部件清洗剂》等。

GB/T 11134-1989 非等效采用了ASTM D1133-1983《烃类溶剂贝壳松脂丁醇值的标准测试方法》，该标准是目前国际通用的贝壳松脂丁醇值检测方法，至今已经过9次修订，最新版的ASTM D1133-13与ASTM D1133-83相比，修改了试剂等级、试验温度、部分操作步骤和结果报告等内容，因此有必要参照该标准对GB/T 11134-1989进行修订，使标准更为科学合理，增强标准的实用性和与国际通行方法的一致性。

2.2 编写原则

本标准的编制遵循“统一性、协调性、适用性、一致性、规范性”的原则，按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分 标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

2.3 本次修订工作主要内容

查阅相关的标准资料，ASTM D1133-13标准翻译，GB/T 11134-1989和ASTM D 1133-13主要技术差异比对，收集有代表性的样品进行试验考察，确定试验条件，进行样品精密度试验，采用新旧标准进行试验结果比对。

2.4 新旧国家标准水平的对比

修订后标准代替GB/T 11134-1989《烃类溶剂贝壳松脂丁醇值测定法》，与GB/T 11134-1989相比主要变化如下：

a) 将“主题内容和适用范围”更改为“范围”，并对内容进行了修改；

- b) 将“引用标准”更改为“规范性引用文件”，并对内容进行了修改；
- c) 增加了“术语和定义”（见第3章）；
- d) 修改了方法概要（见第4章和1989年版的第3章）；
- e) 删除了“意义”（1989年版的第4章）；
- f) 修改了仪器和材料（见第6章和1989年版的第5章）；
- g) 修改了试剂（见第7章和1989年版的第6章）；
- h) 删除了“准备工作”（1989年版的第7章）；
- i) 增加了“取样”（见第8章）；
- j) 增加了“标定”（见第9章）；
- k) 修改了试验温度（见第9章和1989年版的第8章）；
- l) 删除了滴定管中溶剂的体积校正公式（见1989版9.2）；
- m) 修改了精密度（见第12章，1989年版的第10章）；
- n) 增加了“报告”（见第12章）。

3 主要试验（或验证）的分析、综述报告，技术经济论证和预期的经济效果

3.1 试验分析

3.1.1 ASTM D1133-13与GB/T 11134-89的主要技术差异对比见表1。

表1 GB/T 11134-89与ASTM D1133-13的主要技术差异

标准内容	ASTM D1133-13	GB/T11134-89
浑浊度观察卡	白纸上打印10号字或12号字的黑色英	在一张20mm×80mm的白色卡片上，用英文打

片	文字母，字体为No. 31 Bruce old style。 注：本标准正式出版的打印文件可作为观察浑浊度的打印样张。	字机五号字打印上101010101010的12个黑色印刷符号。
---	---	--

正庚烷试剂	光谱纯或高效色谱纯	分析纯
试验温度	25℃±5℃	25℃±1℃
锥形瓶底部离浑浊度观察卡片的距离	从水浴中取出锥形瓶，浑浊度观察卡片放置锥形瓶下方，对锥形瓶底部离浑浊度观察卡片的距离无要求。	锥形瓶置于用烧杯作的水浴中，烧杯底下放置一张浑浊度观察卡片，锥形瓶底部离烧杯底部3cm~6cm。
滴定管内溶剂体积校正	无	如果滴定管内溶剂的温度不是25℃±1℃，则需按式(2)求出该溶剂的校正体积 V_4 ，进行体积校正。
结果报告	修约到0.5个KB单位	取至小数点后一位

3.1.2 试验条件的确定

为确保新版标准检测结果与旧版标准基本一致，对ASTM D1133-13与GB/T 11134-89的技术差异逐一进行考察以确定修订内容。

3.1.2.1 浑浊度观察卡片的确定

对该方法来说，观察卡片的作用是对试样溶液滴定时由清澈变为浑浊进行判断，其关键要求是字符样本边缘清晰，有较高的对比度。GB/T 11134-89标准制定的时代不易得到高质量的打印字符样张，注明由原兰州炼油化工总厂研究所统一制作和提供。目前高清晰度的激光打印机已经普及，各单位完全可以自行用符合GB/T 24988要求的A4复印纸，用激光打印机打印的字符作为浑浊度观察卡片。

ASTM D1133-13要求采用白纸上打印10号字或12号字的黑色英文字母，字体为No. 31 Bruce old style。由于该字体比较罕见，中国office和WPS软件均未默认安装该字体，为便于方法的使用，考虑将该字体替换为我国用户常见字体。经比较，我国办公软件常见黑体字体与Bruce old style

相近，而我国标准中常用的五号字的字号介于西文10~12号字之间。
字形 比较见表2。

表2 字形比较

字体	Bruce old style	黑体
10号	<i>Kauri-Butanol</i>	Kaur i-Butanol
五号	<i>Kauri-Butanol</i>	Kaur i-Butanol
12号	<i>Kauri-Butanol</i>	Kaur i-Butanol

从字形比较来看，应该可以用五号黑体字体代替10号或12号字的Bruce old style字体。为验证不同字体的观察效果，选取代表性样品，使用GB/T 11134-1989要求卡片、ASTM D1133-13要求的10号、12号Bruce old style的黑色英文字母和5号黑体的黑色“10”符号分别作为浑浊度卡片进行了对比试验，结果见表3。

表3 不同字体对试验观察结果的影响

试样	GB/T11134-89 的卡片	10号Bruce old style	12号Bruce old style	五号黑体	极差	重复性
石脑油	35.5	35.5	35.3	35.4	0.2	0.3
甲苯和正庚烷 混合液1	55.6	55.8	55.3	55.5	0.5	0.5
甲苯和正庚烷 混合液2	84.8	84.7	84.2	84.5	0.6	0.7
正己烷	25.4	25.3	25.2	25.2	0.2	—

从表3可以看出，采用不同的字体、字号检测结果均符合GB/T 11134重复性要求。但为了容易观察，将浑浊度观察卡片的要求修改为：用符合GB/T 24988要求的A4复印纸，用激光打印机清晰打印黑体五号字的12个黑

色符号“ 101010101010 ”，统一字号和字符有助于提高实验室间分析结果的再现性。

3.1.2.2 正庚烷纯度的考察

ASTM D1133-13要求正庚烷试剂等级为光谱纯或高效液相色谱纯，GB/T 11134-1989要求正庚烷试剂等级为分析纯，为考察二者的差异，使用不同纯度等级的正庚烷对代表性样品进行测定，结果见表4。

表4 正庚烷试剂纯度考察

试样	分析纯	高效液相色谱纯	差值	重复性
石脑油	35.8	35.6	0.2	0.3
甲苯和工业己烷混合液1	55.8	55.5	0.3	0.5
甲苯和工业己烷混合液2	84.6	84.2	0.4	0.7
工业己烷	25.4	25.3	0.1	—

从表4可以看出，不同纯度的正庚烷试剂测定的结果未超出方法重复性要求，说明不同纯度的正庚烷试剂对结果影响较小。由于正庚烷高效液相色谱纯比分析纯价格较高，为节约成本，继续沿用GB/T 11134-1989分析纯正庚烷。

3.1.2.3 试验温度的确定

GB/T 11134-1989要求试验温度 $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ，ASTM D1133-13要求试验温度 $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，对不同温度对试验结果的影响进行了考察试验，结果见表5。

表5 不同温度对试验结果的影响考察

试样名称	20℃	25℃	30℃	极差	重复性
石脑油	35.5	35.6	35.8	0.3	0.3
甲苯和工业己烷混合液1	55.4	55.5	55.7	0.3	0.5
甲苯和工业己烷混合液2	84.0	84.3	84.6	0.6	0.7

工业己烷	25.4	25.5	25.6	0.2	—
------	------	------	------	-----	---

从表5结果来看，不同温度重复测定的结果未超出方法重复性要求，说明试验温度修改为 $25^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ ，对结果影响不大，而新版标准较宽的温度控制使检验操作更简便快捷，故按照ASTM D1133-13将试验温度修订为

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：

<https://d.book118.com/588041054052006135>