

石油产品凝点测定法

GB 510—83

Petroleum products—Determination of
solidification point

代替 GB 510—77

本方法适用于测定石油产品的凝点。

润滑油及深色石油产品在试验条件下冷却到液面不移动时的最高温度，称为凝点。

1 方法概要

测定方法是將试样装在规定的试管中，并冷却到预期的温度时，將试管倾斜45度经过1分钟，观察液面是否移动。

2 仪器与材料

2.1 仪器

2.1.1 圆底试管：高度 160 ± 10 毫米，内径 20 ± 1 毫米，在距管底30毫米的外壁处有一环形标线。

2.1.2 圆底的玻璃套管：高度 130 ± 10 毫米，内径 40 ± 2 毫米。

2.1.3 装冷却剂用的广口保温瓶或筒形容器：高度不少于160毫米，内径不少于120毫米，可以用陶瓷、玻璃、木材，或带有绝缘层的铁片制成。

2.1.4 水银温度计：符合GB 514—75《石油产品试验用液体温度计技术条件》的规定，供测定凝点高于 -35°C 的石油产品使用。

2.1.5 液体温度计：符合GB 514—75的规定，供测定凝点低于 -35°C 的石油产品使用。

2.1.6 任何型式的温度计：供测量冷却剂温度用。

2.1.7 支架：有能固定套管、冷却剂容器和温度计的装置。

2.1.8 水浴。

2.2 材料

2.2.1 冷却剂：试验温度在 0°C 以上用水和冰；在 $0 \sim -20^{\circ}\text{C}$ 用盐和碎冰或雪；在 -20°C 以下用工业乙醇（溶剂汽油、直馏的低凝点汽油或直馏的低凝点煤油）和干冰（固体二氧化碳）。

注：缺乏干冰时，可以使用液态氮气或液态空气或其他适当的冷却剂，也可使用半导体致冷器（当用液态空气时应使它通入旋管金属冷却器并注意安全）。

3 试剂

3.1 无水乙醇：化学纯。

4 准备工作

4.1 制备含有干冰的冷却剂时，在一个装冷却剂用的容器中注入工业乙醇，注满到器内深度的 $2/3$ 处。然后将细块的干冰放进搅拌着的工业乙醇中，再根据温度要求下降的程度，逐渐增加干冰的用量。每次加入干冰时，应注意搅拌，不使工业乙醇外溅或溢出。冷却剂不再剧烈冒出气体之后，添加工业乙醇达到必要的高度。

注：使用溶剂汽油制备冷却剂时，最好在通风橱中进行。

4.2 无水的试样直接按本方法4.3开始试验。含水的试样试验前需要脱水，但在产品质量验收试验

及仲裁试验时,只要试样的水分在产品标准允许范围内,应同样直接按本方法4.3开始试验。

试样的脱水按下述方法进行,但是对于含水多的试样应先经静置,取其澄清部分来进行脱水。

对于容易流动的试样,脱水处理是在试样中加入新煅烧的粉状硫酸钠或小粒状氯化钙,并在10~15分钟内定期摇荡,静置,用干燥的滤纸滤取澄清部分。

对于粘度大的试样,脱水处理是将试样预热到不高于50℃,经食盐层过滤。食盐层的制备是在漏斗中放入金属网或少许棉花,然后在漏斗上铺以新煅烧的粗食盐结晶。试样含水多时需要经过2~3个漏斗的食盐层过滤。

4.3 在干燥、清洁的试管中注入试样,使液面满到环形标线处。用软木塞将温度计固定在试管中央,使水银球距管底8~10毫米。

4.4 装有试样和温度计的试管,垂直地浸在 $50 \pm 1^\circ\text{C}$ 的水浴中,直至试样的温度达到 $50 \pm 1^\circ\text{C}$ 为止。

5 试验步骤

5.1 从水浴中取出装有试样和温度计的试管,擦干外壁,用软木塞将试管牢固地装在套管中,试管外壁与套管内壁要处处距离相等。

装好的仪器要垂直地固定在支架的夹子上,并放在室温中静置,直至试管中的试样冷却到 $35 \pm 5^\circ\text{C}$ 为止。然后将这套仪器浸在装好冷却剂的容器中。冷却剂的温度要比试样的预期凝点低7~8℃。试管(外套管)浸入冷却剂的深度应不少于70毫米。

冷却试样时,冷却剂的温度必须准确到 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。当试样温度冷却到预期的凝点时,将浸在冷却剂中的仪器倾斜成为45度,并将这样的倾斜状态保持1分钟,但仪器的试样部分仍要浸没在冷却剂内。

此后,从冷却剂中小心取出仪器,迅速地用工业乙醇擦拭套管外壁,垂直放置仪器并透过套管观察试管里面的液面是否有过移动的迹象。

注:测定低于 0°C 的凝点时,试验前应在套管底部注入无水乙醇1~2毫升。

5.2 当液面位置有移动时,从套管中取出试管,并将试管重新预热至试样达 $50 \pm 1^\circ\text{C}$,然后用比上次试验温度低4℃或其他更低的温度重新进行测定,直至某试验温度能使液面位置停止移动为止。

注:试验温度低于 -20°C 时,重新测定前应将装有试样和温度计的试管放在室温中,待试样温度升到 -20°C ,再将试管浸在水浴中加热。

5.3 当液面的位置没有移动时,从套管中取出试管,并将试管重新预热至试样达 $50 \pm 1^\circ\text{C}$,然后用比上次试验温度高4℃或其他更高的温度重新进行测定,直至某试验温度能使液面位置有了移动为止。

5.4 找出凝点的温度范围(液面位置从移动到不移动或从不移动到移动的温度范围)之后,就采用比移动的温度低2℃,或采用比不移动的温度高2℃,重新进行试验。如此重复试验,直至确定某试验温度能使试样的液面停留不动而提高2℃又能使液面移动时,就取使液面不动的温度,作为试样的凝点。

5.5 试样的凝点必须进行重复测定。第二次测定时的开始试验温度,要比第一次所测出的凝点高2℃。

6 精密度

用以下数值来判断结果的可靠性(95%置信水平)。

6.1 重复性

同一操作者重复测定两个结果之差不应超过 2.0°C 。

6.2 再现性

由两个实验室提出的两个结果之差不应超过 4.0°C 。

注:本精密度是于1980年用5个试样,在13个实验室开展统计试验,并对试验结果进行数据处理和分析得来的。

7 报告

7.1 取重复测定两个结果的算术平均值，作为试样的凝点。

注：如果需要检查试样的凝点是否符合技术标准，应采用比技术标准所规定的凝点高1℃来进行试验，此时液面的位置如能够移动，就认为凝点合格。

附加说明：

本标准由中华人民共和国石油工业部提出。

本标准由石油化工科学研究院起草。

本标准首次发布于1964年。