

## 石油产品凝点测定法

**警示:**使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验，本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件

### 1 范围

本标准规定了石油产品凝点的测定方法。

本标准适用于液体燃料(如柴油、生物柴油调合燃料)及润滑油等石油产品。本标准中**自动微量**凝点测定仪仅适用于不含添加剂**柴油**馏分样品的测定。

### 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/T514-2005               石油产品试验用玻璃液体温度计技术条件

GB/T4756                 石油液体手工取样法

GB/T6683                 石油产品试验方法精密度数据确定法

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1 凝点 solidification point

试样在规定条件下冷却至液面停止移动时的最高温度，以℃表示。

### 4 方法概要

将试样装在规定的试管中，并冷却至预期温度，将试管倾斜至与水平成 45°静置 1min，观察液面是否移动,以液面不移动时的最高温度作为试样的凝点。

### 5 试剂和材料

#### 5.1 试剂

5.1.1 无水乙醇:化学纯。

5.1.2 无水硫酸钠:化学纯。

5.1.3 无水氯化钙:化学纯。

## 5.2 材料

5.2.1 冷却剂或材料:工业乙醇、干冰或液氮等,能够将样品冷却至试验规定温度的任何液体或材料。也可使用压缩机制冷或半导体制冷设备。

5.2.2 滤纸:定性滤纸。

5.2.3 食盐:粗食盐。

5.2.4 脱脂棉。

## 6 仪器

### 6.1 手动凝点测定仪

6.1.1 试管,圆底、透明玻璃试管.高  $160\text{mm}\pm 10\text{mm}$  内径  $20\text{mm}\pm 1\text{mm}$ .在距试管底部  $30\text{mm}$  处外壁上有一环形标线,且有能够插温度计的塞子。

6.1.2 套管:圆底玻璃套管.高  $130\text{mm}\pm 10\text{mm}$  内径  $40\text{mm}\pm 2\text{mm}$  能够将试管直固定于套管中间位置。

6.1.3 冷却浴:冷却浴的温度应能控制在规定温度的 $\pm 1^\circ\text{C}$ 之内,盛装冷却剂用的容器或其他合适的装置高度不低于  $160\text{mm}$ ,容积能满足使用需要。

6.1.4 温度计或温度测量装置:用于试样温度测量的温度计应符合 GB/T514-2005 中 GB-30 号 GB-31 号或 GB-32 号的要求。用于冷却浴温度测量的温度计可根据实际使用温度选择任何类型的温度计。如使用温度测量装置应能够达到本标准规定的测量要求。

6.1.5 支架:用于固定试管、套管和温度计。

### 6.2 自动微量凝点测定仪(仅适用于不含添加剂的柴油馏分样品)

6.2.1 进样系统:手动进样或者自动进样,可将一定量的试样加入检测室。

6.2.2 制冷系统:为检测室提供冷源.温控精度为 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 。

6.2.3 检测室:由保温层、温度传感器、检测室等部分组成,温度测量精度为  $0.1^\circ\text{C}$ 。

6.2.4 微电脑:显示、控制试验过程.对试验结果进行判断和处理。

## 7 取样

除非另有规定，取样应按照 GB/T4756 进行。

## 8 试验准备

### 8.1 样品准备

8.1.1 试验开始前应先摇匀试样，无水试样可直接开始试验，含水试样需要进行脱水。但在产品质量验收或仲裁试验时，只要试样的水分含量在产品标准允许的范围之内可直接开始试验。

8.1.2 可按照 8.1.3 或 8.1.4 的要求对试样进行脱水，但对于含水较多的试样应先经静置，再取其澄清部分来进行脱水。

8.1.3 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无水硫酸钠或小粒状无水氯化钙，然后振荡混合试样 10min~15min 静置后用干燥的滤纸过滤，取过滤后的澄清部分进行试验。

8.1.4 对于黏稠的试样，脱水处理是将试样预热到不高于 50℃，再经食盐层过滤。食盐层的制备要求如下，即先在漏斗中放入金属网或少许脱脂棉，然后再铺上新煅烧的粗食盐结晶，试样含水多时可能需要经过 2 个~3 个漏斗的食盐层过滤。

### 8.2 手动凝点测定仪的准备

8.2.1 制备含有干冰的冷却浴时，可在一个装冷却剂的容器中加入无水乙醇，注满到容器内部深度的 2/3 处。然后将细块干冰放进搅拌着的无水乙醇中，再根据要求的温度下降程度，逐渐增加干冰的用量，每次加入干冰时，应注意搅拌，不使无水乙醇外溅或溢出。应在冷却剂不再剧烈冒出气体之后，再添加无水乙醇达到需要的高度。如使用其他制冷剂或材料应注意相关的安全事项。使用压缩机制冷装置应先将冷却剂注入至冷却浴的合适位置。

8.2.2 在干燥、清洁的试管中注入试样至环形标线处。用塞子将温度计固定在试管中央，使温度计感温泡底部距离试管底部 8mm~10mm。

8.2.3 将装有试样和温度计的试管，垂直地浸入 50℃±1℃的水浴中加热，直至试样的温度达到 50℃±1℃为止。

### 8.3 自动微量测定仪的准备

按照自动微量凝点测定仪说明书的要求进行仪器准备。

## 9 试验步骤

### 9.1 手动仪器

9.1.1 当试样温度达到  $50^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 时,从水浴中取出装有试样和温度计的试管,擦干试管外壁将试管牢固地装入套管中,应保证试管外壁与套管内壁各点距离相等。

9.1.2 将套管和试管组件垂直固定在支架上,并放在室温下静置,直至试样冷却至  $35^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ ,然后将此组件浸入准备好的冷却浴中。冷却浴的温度应比试样的预期凝点低  $7^{\circ}\text{C}\sim 8^{\circ}\text{C}$ 。套管和试管组件浸入冷却剂的深度应不少于 70mm。

9.1.3 当试样温度冷却到预期的凝点时,将浸在冷却浴中的套管和试管组件倾斜,倾斜至与水平成  $45^{\circ}$ ,并保持 1min.此时要求其中的试样仍要浸没在冷却剂内。

9.1.4 从冷却浴中小心取出套管和试管组件,迅速用无水乙醇擦拭套管外壁,垂直放置,并透过套管观察试管里面的液面是否有移动的迹象。

**注:**当测定凝点低于  $0^{\circ}\text{C}$ 的试样时,为了便于观察,试验前可在套管底部注入 1mL~2mL 无水乙醇。

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

**注:**试验温度低于  $-20^{\circ}\text{C}$ 时,重新测定前将装有试样和温度计的试管放在室温中。待试样温度升到  $-20^{\circ}\text{C}$ ,再将试管浸在水浴中加热。

9.1.6 当试样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到  $50^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 然后用比上次试验温度高  $4^{\circ}\text{C}$ 或其他更高的温度重新进行测定。直至某试验温度能使试样液面有移动为止。

9.1.7 找出凝点的温度范围(即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,选择比试样能够移动的温度低  $2^{\circ}\text{C}$ ,或比试样不能移动的温度高  $2^{\circ}\text{C}$ 。重新讲行试验。如此重复试验,直至确定某试验温度能使试样液面停止移动而升高  $2^{\circ}\text{C}$ 试样液面又能够移动时,取试样液面不移动的温度。作为试样的凝点。

9.1.8 如果需要检查试样的凝点是否符合规格值，应在比规格值高 1℃下进行试验，此时若试样液面能够移动.则认为试样的凝点符合规格值。

## 9.2 自动微量仪器(仅适用于不含添加剂的柴油馏分样品)

9.2.1 用手动进样或自动进样的方式，取一定量的试样，按照自动微量凝点仪的说明书选择合适试验程序开始试验。重复试验时应更换新的试样。

9.2.2 按照自动微量凝点测定仪上的显示结果，记录或打印最终试验结果，作为试样的凝点。

**注:**进样前先用空气将上次试验的残留试样全部顶出，再用待测试样清洗进样管，然后开始进样。要确保进样管被试样全部充满且没有气泡(气泡的存在会影响试验结果的稳定性)。不建议使用任何有机溶剂清洗进样管。

## 10 结果报告

10.1 取重复测定两个试验结果的算术平均值作为试样的凝点。

10.2 手动凝点测定仪应按照 9.1.7 的要求报告试样的凝点，结果精确至 1℃。

10.3 自动微量凝点测定仪应按照 9.2.2 的要求报告试样的凝点，结果精确至 0.1℃。

10.4 如有争议，仲裁试验以手动仪器的凝点试验结果为准。

## 11 精密度和偏差

### 11.1 手动凝点测定仪的精密度

#### 11.1.1 概述

按照下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

#### 11.1.2 重复性(r)

同一操作者，在同一实验室，使用同一仪器，按照相同的方法，对同一试样进行连续测定得到的两个试验结果之差不应超过 2℃。

#### 11.1.3 再现性(R)

不同操作者,在不同实验室,使用不同的仪器，按照相同的方法，对同一试样分别进行测定得到的两个单一、独立试验结果之差不应超过 4℃。

## 11.2 自动微量凝点测定仪的精密度(仅适用于不含添加剂的柴油馏分样品)

### 11.2.1 概述

自动微量凝点测定仪精密度统计试验是在六家实验室开展的,共采用了8个不含添加剂的柴油馏分样品,样品凝点范围为 $3.8^{\circ}\text{C}\sim-20.7^{\circ}\text{C}$ 并根据GB/T6683的相关规定进行统计计算后得出的。按照下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

### 11.2.2 重复性(r)

同一操作者,在同一实验室,使用同一仪器,按照相同的方法。对同一试样进行连续测定得到的两个试验结果之差不应超过 $1.0^{\circ}\text{C}$ 。

### 11.2.3 再现性(R)

不同操作者,在不同实验室,使用不同的仪器,按照相同的方法,对同一试样分别进行测定得到的两个单一、独立试验结果之差不应超过 $2.4^{\circ}\text{C}$ 。

## 11.3 偏差

本标准尚未确定偏差。