

石油蜡针入度测定法

GB/T 4985—85

Determination of needle penetration of petroleum waxes

本方法适用于测定针入度值不大于 250×10^{-1} 毫米的石油蜡的针入度。

针入度是在规定的温度、负荷和时间的条件下,标准针垂直进入试样的深度,以 10^{-1} 毫米为单位。

1 方法概要

熔化试样,加热至其凝点以上约 20°C ,倾入容器,在控制条件下,将其空气冷却。然后将试样在水浴中调节到试验温度,用针入度计的标准针在100克载荷下插入试样5秒钟。

2 仪器

2.1 针入度计

针入度计的刻度盘以 10^{-1} 毫米为单位,并不少于250单位。当刻度盘读在“零”位时,被弹簧卡住的滑杆顶着刻度盘的指针杆。把标准针固定在滑杆上,通过调节可调台或可调针组,使针尖接触试样表面。图1是两种调节方式的组合图,可任选其中之一。在释放滑杆时,必须立即脱落而无任何机械阻力。滑杆和指针杆离开的距离,在轻按指针杆使之与滑杆接触时,能在刻度盘上表示出来。

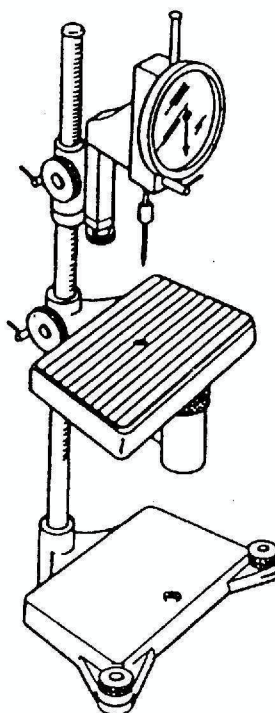


图1 针入度计

2.2 计时器

针入度可附有自动释放计时器,也可使用分度为0.1秒的秒表。

2.3 标准针

标准针的尺寸要求见图2。针锥轴应和针杆轴重合，并应在最大径向跳动(刻度盘总读数的距离)0.125毫米范围内。圆锥部分要用充分硬化的不锈钢制做。锥尖磨光并截去尾部后其断面直径为0.14~0.16毫米。断面与锥轴成直角，最大允许偏离为2°。边缘应锐利而不粗糙，锥面与断面的光洁度为▽12。用针杆钻孔及杆的长度来调整针的重量使之成为 2.5 ± 0.05 克。标准针要经标准计量部门进行质量检验后方可使用。

注：ISO规定标准针的材质为A-1b(ISO683/XIII)型号钢，使用国产钢时必须达到洛氏硬度(HRC)57—60的要求。ISO要求标准针光洁度为180纳米(Ra)，相当国内▽10，国内测定进口针为▽12，所以本标准订为▽12。

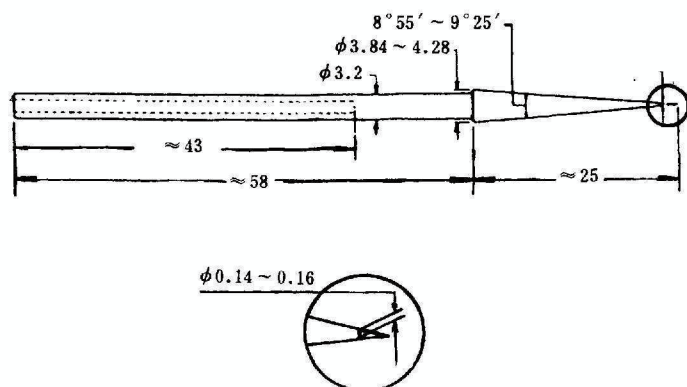


图2 标准针

2.4 滑杆和砝码

滑杆重量为 47.5 ± 0.05 克，砝码重 50 ± 0.05 克，加在针尖上的总重量为 100 ± 0.15 克。

2.5 成型器

成型器为两端开口的黄铜圆筒，内径约为25毫米，高约为32毫米，壁厚约为3毫米。为防止试样滑动，在筒内壁刻上螺纹式沟槽。

2.6 黄铜板

黄铜板的长×宽×厚为65毫米×40毫米×6.5毫米，作为成型器的承托板。其光洁度为▽8。黄铜板要置于软木塞上。

2.7 恒温室或恒温箱

恒温室或恒温箱能维持 25 ± 2 ℃的温度。

2.8 水浴

水浴的容积应不少于10升，能维持试验温度准确至 ± 0.1 ℃，试样浸在水浴中的深度不少于100毫米，并置于距浴底不少于50毫米的筛板调节架上。

2.9 玻璃小水浴

玻璃小水浴的外径约为140毫米，高约90毫米，内装平板玻璃，并保证玻璃固定在水平位置。为保证能维持试验温度准确至 ± 0.1 ℃，可沿内壁盘旋蛇管，通水恒温。

2.10 温度计

温度计为全浸型，并符合下列要求：

温度范围	25~55℃
最小温度	0.1℃
长线分度	0.5℃
刻字分度	1℃

膨胀室允许加热温度	105℃
全长	379 ± 5 毫米
棒直径	7 ~ 8 毫米
水银球长	25 ~ 35 毫米
水银球直径	6 ~ 7 毫米
冰点范围	-0.5 ~ +0.5℃
球底到冰点距离	60 ~ 70 毫米
球底到收缩室底的距离	最小80毫米
球底到收缩室顶的距离	最大100毫米
球底到25℃刻线距离	115 ~ 135 毫米
球底到55℃刻线距离	324 ~ 344 毫米

3 准备工作

3.1 加热蜡样到蜡的冻凝点20℃以上。

要防止局部过热。因此应充分搅拌使试样均匀受热，并使其中气泡逸出后才注入置于 25 ± 2 ℃恒温的成型器中。

注：蜡的冻凝点测定采用 ISO 2707《石油蜡冻凝点测定法》，在该法未建立前，用 GB/T 2539《石蜡熔点（冷却曲线）测定法》代替。

3.2 黄铜板和成型器先在 25 ± 2 ℃的恒温室或恒温箱恒温，并将黄铜板置于两个软木塞上，用等体积甘油和水的混合物润滑其上表面，放上试样成型器。

注入蜡样使成凸弯月面，并在温度 25 ± 2 ℃下冷1小时，然后刮去多余的蜡，从板上取下成型器，再将与黄铜板接触的蜡样的光滑面朝上，在试验温度准确至 ± 0.1 ℃的水浴中放置1小时。一般试验温度为25℃，也可测定25~55℃范围内任一温度下的针入度，但报告中要予以说明。

注：① 黄铜板也可用溶剂擦拭后，不用甘油和水润滑直接成型，但黄铜板必须光滑。

② 较硬的蜡因收缩率较大而易与器壁分离，可再注入蜡样使之契合。

3.3 将装有蜡样的成型器从水浴中取出，迅速放在小玻璃水浴中，使水面高出蜡面顶部25毫米。用温度计直接测量小玻璃水浴的温度，当修正值等于或超过0.05℃时，水银柱露出部分需要补正。

4 操作步骤

4.1 当针入度刻度盘指示值为零时，使滑杆与指针杆相接触，调节可调合或可调针组使标准接触试样表面。然后观察针尖投影有助于用微调法使针尖恰好接触试样表面。5分钟后释放滑杆使标准针自由降落并维持5秒钟。然后，轻轻压下指针杆使与滑杆顶住，以便准确地由刻度盘读取针入度值。用秒表计时，应在试验前开动秒表，当表的秒针走到某一易辨认的单位刻度时释放滑杆，经5秒钟时立刻卡住滑杆。

4.2 每个试样需测定四次，测定的点要在距离成型器边缘3毫米的圆周上，测定点间的间隔应不少于13毫米。注意不要使用蜡样表面有白斑或裂纹处作为测定点。每次测定前要检查水温，并用清洁的干绸布顺针尖仔细擦拭，以除去前次测定时所附着的蜡。

5 结果计算

取四次测定值的算术平均值作为试样测定结果即针入度值，并精确到一个单位。

6 精密度

通过实验室测试结果的统计分析，所得方法的精密度如下：

6.1 重复性

按照本方法多次正常而正确地操作，由同一操作者，用同一台仪器，对同一试样进行两个连续测定结果之间的差值。超过下表中所列误差者，二十次中仅有一次。

6.2 再现性

按照本方法正常而正确地操作，由不同操作者在不同实验室，对同一试样进行测定；任意两个独立结果之间的差值，超过下表中所列误差者，二十次仅有一次。

精 密 度 表

范 围	重 复 性	再 现 性
0 ~ 30	2 单位	4 单位
> 30	8 %	15 %

计算百分数时，以两个针入度值中小的为分母，差值为分子。

附加说明：

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由抚顺石油炼制研究所技术归口。

本标准由抚顺石油炼制研究所起草。

本标准主要起草人杨令儒。

自本标准实施之日起，原石油工业部部标准 SY 2862—76S《石蜡针入度测定法》作废。

本标准是参照美国试验与材料协会标准 ASTM D1321《石油蜡针入度测定法》和国际标准建议草案 ISO/DP 3992《石油蜡针入度测定法》制订的。