

前 言

标准分享网
www.dzfxw.com
免费 专业 丰富

本标准非等效采用美国试验与材料协会标准 ASTM E659 - 78(1989)^{el}《液体化学品自燃点标准试验方法》。

本标准与 ASTM E659 - 78(1989)^{el}方法的主要差异如下：

ASTM E659 - 78(1989)^{el}方法不仅适用于液体化学品，而且也适用于在试验温度下容易熔化和蒸发的固体化学品。本标准只适用于对自燃点有要求的液体石油和石油化工产品，例如：热传导液、难燃液压力液、难燃汽轮机油、难燃变压器油等。

本标准未采用 ASTM E659 - 78(1989)^{el}方法中有关冷焰的术语和冷焰自燃点的定义及测定方法。

本标准未采用 ASTM E659 - 78(1989)^{el}中有关预燃反应临界温度的定义。

本标准未采用 ASTM E659 - 78(1989)^{el}中的意义和用途。

本标准只报告热焰自燃点即自燃点，及其相应的着火延迟时间、大气压。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由中国石油化工总公司石油化工科学研究院归口。

本标准起草单位：中国石油化工总公司石油化工科学研究院。

本标准主要起草人：陈丽卿。

液体石油和石油化工产品
自燃点测定法

(2004年确认)

Petroleum and petrochemical products—
Determination of autoignition temperature

1 范围

本标准规定了测定试样自燃点的方法。

本标准适用于热传导液、难燃液液压、难燃汽轮机油和难燃变压器油等液体石油和石油化工产品。

2 术语

本标准采用下列术语。

2.1 着火 ignition

燃烧的开始。对于本标准来说，解释为：火焰出现，且伴随着气体混合物温度的突然升高。

2.2 自燃 autoignition

物质通常在没有外界着火源(火焰或火花)的情况下由于放热氧化反应而在空气中进行的燃烧现象。

2.3 自燃点 autoignition temperature

在规定的试验条件下自燃发生时的最低温度。

2.3.1 自燃点(autoignition temperature)也称自发着火温度(spontaneous ignition temperature)、自身着火温度(self-ignition temperature)或自动着火温度(autogenous ignition temperature)，用首字母缩略词 AIT 和 SIT 表示。本标准测定的自燃点(AIT)是物质在大气压下的空气中，没有外界着火源(如火焰或火花)帮助下，其易燃混合气体因放热氧化反应放出热量的速率高于热量散发速率而使温度升高引起着火的最小温度。

2.4 着火延迟时间 ignition delay time

物质从加热到着火经过的时间。它是从试样加入烧瓶中到试样着火瞬间之间的时间。此时间在最低自燃温度时是最大的，也称为着火时滞。

3 方法概要

量取少量试样加入到恒定在预定温度下，并含有空气的 500mL 玻璃烧瓶中，观察烧瓶内容物 10min，或到自然发生时为止。自然是由烧瓶里的火焰突然出现和气体混合物的温度突然升高来判断。当测定规定体积的试样发生着火时，烧瓶内部的气体混合物的最低温度(T)作为试样的自燃点(AIT)，同时记录着火延迟时间。

4 试剂与材料

4.1 试剂

4.1.1 石油醚：30~60℃，分析纯。

4.1.2 苯：分析纯。

4.1.3 丙酮：分析纯。

4.1.4 无水乙醇：分析纯。

4.1.5 乙醚：分析纯。

注意：上述试剂的蒸气均有毒(或有害)，操作要在通风柜中进行，防止长时间吸入其蒸气。装试剂用的容器应该保持密闭。使用和保存时要远离热源、火花或明火，防止与眼睛和皮肤接触，防止吸入体内。

4.2 材料

铝箔：用作包裹烧瓶和衬盖的底面。

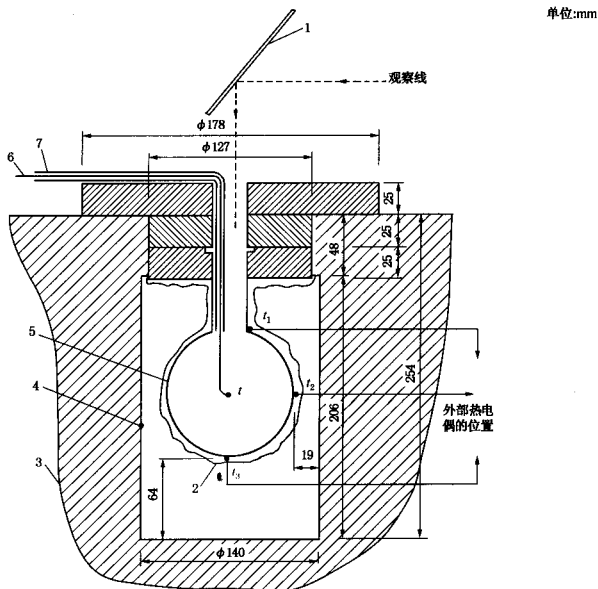
5 仪器

5.1 加热炉：电加热坩埚炉，具有圆柱形的内膛，直径 12.7cm，深度至少 17.8cm。能容纳试验烧瓶并保持烧瓶温度均匀，温度可达 600℃或更高。

注意：加热炉应安装在通风柜内，及时将有毒气体抽走，以防操作人员长时间大量吸入有毒气体。

5.2 温控系统：温度在 350℃以下时，能控制在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 范围内，高于 350℃时能控制在 $\pm 2^\circ\text{C}$ 范围内。用烧瓶的底部、中部和颈部三点的外部热电偶来检测温度。

5.3 试验烧瓶：由硼硅玻璃制成的 500mL 圆底、短颈烧瓶。用厚的绝缘夹持装置把烧瓶悬挂于加热炉中，其颈部顶端嵌在绝缘盖套下，以使烧瓶完全装入炉内。烧瓶用铝箔紧紧包住。绝缘夹持装置用铝箔衬底。见图 1。



1—镜子；2—铝箔；3—炉壁；4—控制热电偶；5—500mL 烧瓶；6—内部热电偶；7—玻璃管

图 1 自燃点测定装置

5.4 注射器：500 μ L 或 1000 μ L 的注射器，装有 15.2cm 长的不锈钢针。注射器的分度为 10 μ L 或 20 μ L。钢针带有合适角度的弯曲(见图 2)，以便操作人员把样品注入烧瓶里时手能离开烧瓶的瓶口。

注：用注射器注入试样后，手立即离开试验烧瓶。

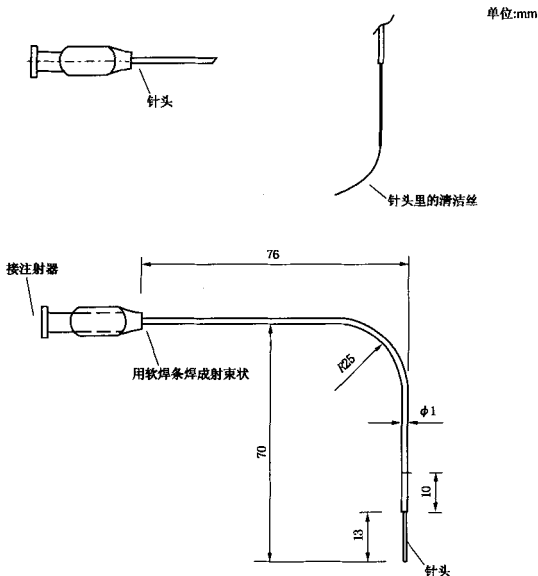


图 2 改型针头

5.5 热电偶：精密的镍铬-镍铝合金热电偶，用来测量烧瓶内的气体温度(t)，并且经常要复检，不能使用铁-康铜(铜镍合金)热电偶。测量外部烧瓶的温度用镍铬-镍铝热电偶或用较精密的热电偶放于烧瓶的顶部(t_1)、中部(t_2)和底部(t_3)。

5.6 秒表：分度 0.1s 或 0.2s。

5.7 镜子：一种边长为 7.6cm 或其他合适尺寸的正方形镜子，安放于烧瓶的正上方，以便观察烧瓶的内部。

注：操作人员观察烧瓶里的火焰时，要通过一面镜子来观察，因为，有些火焰正好辐射到烧瓶顶端的正上方。

5.8 吹风机。

5.9 附录 A 给出了有关仪器和试验结果影响因素的说明。

6 试验步骤

6.1 如图 1 所示安装烧瓶，预设加热温度，开启加热炉并加热烧瓶。当烧瓶内部的温度(t)达到所要求的温度时，调整温度控制器，以使温度保持稳定，使整个系统达到平衡。

6.2 用待测试样冲洗注射器和针头。

6.3 用注射器注入 100 μ L 试样到烧瓶里进行试验，并迅速地撤回注射器。

6.4 当试样注入烧瓶里时，启动秒表开始计时。

6.5 使用放于烧瓶上端的有适当角度的镜子，观察试验烧瓶的内部。

6.5.1 若在 10min 内未观察到着火, 就认为在烧瓶内部温度下所试验的试样不发生自燃。用吹风机吹净烧瓶内残留气体, 并停秒表。

注: 大多数物质在少于 10min 内着火, 一些化学物质(如饱和的环状有机体)将显示长的延迟时间, 最初的试验可用较短的时间, 但最后的试验要用 10min 试验时间。

6.5.2 升高温度大约 30℃, 重复上述试验过程, 若观察到着火, 即停秒表, 记录从试样加入到着火的延迟时间。然后以 3℃ 的倍数间隔降低温度, 重复试验过程, 直至不出现自燃为止。以 3℃ 间隔确定着火和不着火的分界点, 得到最低着火温度。

6.5.3 用较多的试样(150 μ L)重复上述试验过程, 若增加试样后测定的最低着火温度低于 100 μ L 试样测定的最低着火温度, 则采用更多的试样(200 μ L, 最终 250 μ L)重复试验过程, 直至获得最低的自然温度。

6.5.4 若采用 150 μ L 试样测定的最低着火温度高于 100 μ L 试样测定的最低着火温度, 则采用较少的试样(70 μ L, 最终 50 μ L)重复试验过程, 直至获得最低的自然温度。

6.5.5 每个试样应使用一个干净的烧瓶。若试样在试验完成前烧瓶内已形成了一层残余物, 则应更换烧瓶进行后面的试验。

6.5.6 试验后, 将上次试验时注射器和针头里的试样完全挤净, 并用溶剂反复清洗, 直至干净。然后用洗耳球将针头里的溶剂吹走, 反复吹几次, 自然干燥或烘干, 注射器用吹风机吹干或烘干, 放置备用。

6.5.7 将上次试验用过的烧瓶中的残余物清理掉, 并将烧瓶洗干净, 烘干后备用。

6.5.8 自燃通常由试验时产生的各种颜色的火焰来证明, 例如黄色、红色或蓝色, 一般情况下, 自燃产生时, 温度突然上升至至少 200℃ ~ 300℃ 或更多。

6.6 记录试验温度、大气压力、所用试样的体积、着火延迟时间和自燃点。

7 精密度

用下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

7.1 重复性: 同一操作者重复测定所得两个自燃点结果之差不应大于其算术平均值的 2%。

7.2 再现性: 两个实验室各自所得自燃点结果之差不应大于其算术平均值的 5%。

8 报告

8.1 自燃点, AIT(℃)。

8.2 相应的着火延迟时间(s)和气压计的压力(kPa)。

附录 A

(标准的附录)

有关仪器和试验结果影响因素的说明

A1 仪器

A1.1 尺寸

图 1 是工业用的安装于罐式坩埚炉里的典型试验烧瓶装置剖面图。电加热坩埚炉能保持所需温度的均匀性。

A1.2 绝缘盖

绝缘盖是由矿物绝缘材料制成的可以分开的装置，便于试验烧瓶移动和安装，盖的底面衬有铝箔。

A1.3 热电偶

A1.3.1 试验温度(t)所用的热电偶是一根裸镍铬-镍铝合金(K型)热电偶，其探头应放于试验容器的中央，把它插入一定形状小直径的玻璃管中，并放到合适位置，玻璃管不应低于颈部而伸到烧瓶的球形部分，以避免火焰熄灭。

A1.3.2 烧瓶的表面温度是由放于试验容器外边包裹在铝箔里的热电偶 t_1 、 t_2 和 t_3 测量，用手动电位计记录这些热电偶的读数。如果规定的试验温度的均匀性已经充分确定，例如在 A1.5 中，通常不必使用外部热电偶。如果并联顶部、侧壁和底部加热系统可获得烧瓶内均匀的温度，这时需要三个外部热电偶。

A1.3.3 加热炉控制热电偶放于炉膛内，图解说明见图 1，热电偶插到加热炉耐火材料表面。

A1.4 烧瓶安装位置

A1.4.1 如果加热炉的深度允许，烧瓶颈部的顶端将置于绝缘盖下面的凹处。烧瓶安放尽量接近加热炉的加热中心线(见图 1)，以使烧瓶安装位置最合适并且热量损失最少，铝箔包裹烧瓶的作用是使烧瓶温度均匀。

A1.5 温度均匀性

A1.5.1 表 A1 所列的温度是由图 1 所示结构的加热炉得到的，这种加热炉具有围绕四周侧壁的垂直加热装置。

表 A1 温度均匀性

试验温度(t), °C	外部烧瓶温度, °C		
	t_1	t_2	t_3
81	81	82	82
232	232	236	235
343	342.3	349	347
505	504.5	512	509

A2 体积对自燃点的影响

A2.1 许多研究者已经注意到试验容器越大，得到的自燃点越低。

因此将本方法得到的温度用于实际情况时应加以注意。

A2.2 测定容器体积的影响，可利用三个或更多个具有同样结构的试验容器，例如 250, 500, 1000

和 5000mL 进行重复测定。自燃点与容器体积的对数曲线图，在估价其他体积的自燃点时是有帮助的。

A3 压力对自燃点的影响

许多研究者已经证实，升高压力使自燃点降低。
