

石油蜡和石油脂滴熔点测定法

警告:本标准可能涉及某些有危险的材料、设备和操作,但并无意对与此有关的所有安全问题都提出建议。因此,在使用本标准之前,用户有责任建立适当的安全和防护措施,并确定相关规章的适用性。

1 范围

本标准规定了石油蜡和石油脂滴熔点的测定方法。

本标准适用于石油脂和微晶蜡滴熔点的测定。

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/T 514 石油产品试验用玻璃液体温度计技术条件

SH/T 0132 石油蜡冻凝点测定法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

滴熔点 drop melting point

在规定的条件下,试样熔化达到一定的流动性从试验温度计上滴落时的温度。

4 方法概要

将已冷却的温度计浸入样品中,使试样粘附在两支温度计水银球上。将附有试样的温度计置于试管中,用水浴加热至试样熔化且第一滴从每支温度计水银球上滴落,滴落温度的平均值即为样品的滴熔点。

5 仪器

5.1 试管:外径 25 mm、长 150 mm 的标准试管,并配有塞子(如软木塞),在塞子边缘开槽以使空气流通,在塞子中心开有插温度计的孔。

5.2 水浴:容量不小于 1 500 mL 的透明容器。试管浸入深度不小于 90 mm,且试管底下仍有约 15 mm 的水层。

5.3 试验温度计:半浸棒式,温度范围 32 °C~127 °C,符合 GB/T 514 编号 GB-35 温度计的要求。

5.4 浴温温度计:在试验温度范围内任何适合的温度计,精度 0.5 °C。

5.5 平底烧杯:能盛入足够的样品,直径至少 40 mm,并在距内底 12 mm±1 mm 处有一环形刻线。

6 试验步骤

6.1 取足量有代表性的样品,两次测定均应取样品新的部分。在烧杯中缓慢熔化样品,直至温度达到预期滴熔点以上至少 $11\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。将样品倒入平底烧杯中,使其高度达到 $12\text{ mm}\pm 1\text{ mm}$,用普通温度计测量其温度,调节样品温度至高出预期滴熔点至少 $6\text{ }^{\circ}\text{C}$ (见注)。

注:根据 SH/T 0132 方法,高于冻凝点 $11\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的浸没温度通常比实际滴熔点高 $6\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 11\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.2 把其中一支试验温度计水银球部冷却至约 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$,擦干,迅速且小心地将冷却的温度计球部垂直插入准备好的热样品中,碰触平底烧杯的底部(浸没约 12 mm)后立即取出。温度计远离热源并保持垂直,冷却至水银球表面浑浊,然后将其放入温度为 $16\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水中至少 5 min 。按此步骤制备另一试样。

6.3 用合适的塞子将两支制备好试样的温度计分别固定于两支试管中,使温度计水银球底端距试管底约 15 mm 。将两支试管浸入温度为 $16\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水浴中,调节试管的高度使温度计的浸没线与水面平齐。将浴温以约 $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 $38\text{ }^{\circ}\text{C}$,然后以约 $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温,直至第一滴试样从每支温度计上滴落为止,记录每支温度计第一滴试样滴落时的温度。

7 报告

计算两次测定结果的算术平均值,作为样品的滴熔点结果,精确至 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

8 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

8.1 **重复性:**同一操作者用同一台仪器,在规定的操作条件下,按试验方法正常而正确地操作,对同一样品测得的两次连续试验结果之差,不应超过 $0.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

8.2 **再现性:**不同操作者于不同实验室,按试验方法正常而正确地操作,对同一样品测得的两个单独结果之差,不应超过 $1.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

8.3 **偏差:**由于滴熔点结果是通过定义一种方法而得到的,因此本方法试验步骤没有偏差。

9 关键词

滴熔点,石油脂,石油蜡,蜡。