

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3017—2011

石油产品倾点试验方法 自动气压法

Standard test method for pour point of petroleum products—
Automatic air pressure method

2011-09-09 发布

2012-04-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准的技术内容采用 ASTM D6749-02(2007)《石油产品倾点试验方法 自动气压法》(英文版)。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国厦门出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:黄宗平、李荣专、陈和秀、王鸿辉、黄长春、董清水。

石油产品倾点试验方法

自动气压法

警告:本标准的应用只涉及某些与试验有关的安全问题,而没有对所有安全问题提出建议。用户在使用本标准前,有责任制定相应的安全和防护措施,并明确其受限制的适用范围。

1 范围

本标准规定了一种通过向冷却中的试样表面施加微小气压进行石油产品倾点测定的自动仪器试验方法。

本标准适用于石油产品倾点的测定,可采用 1℃ 或 3℃ 的温度测试间隔。测定的温度范围为 -57℃~+51℃。

本标准不适用于原油倾点的测定。

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 3535 石油产品倾点测定法(GB/T 3535—2006,ISO 3016:1994,MOD)

GB/T 4756 石油液体手工取样法

SN/T 0826 进出口石油及液体石油产品取样法(手工取样)

SN/T 0975 进出口石油及液体石油产品取样法(自动取样)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

倾点 pour point

石油产品在规定的试验条件下冷却时能够观测到流动的最低温度。

3.2

气压 air pressure

施加于气密性的试管中试样表面的可控微小气压。试管中插有玻璃通气管,通气管的一端浸入试样中,另一端连通大气,施加的这种微小气压会引起通气管中的试样液面向上移动。

3.3

不流动点 no-flow point

石油产品在规定的试验条件下,因其中蜡状结晶物增多或黏度增加(或两者同时发生),从而引起试样表面停滞不动时的温度。

4 方法提要

将装有试样的试管放入自动倾点仪中,启动试验程序,试样被自动加热到预设温度后,按一定速率

冷却。根据预先设定的温度测试间隔,在插有通气管的气密性试管中,每隔 1℃或 3℃对试样液面缓慢施加微小气压。通气管的一端浸入试样,另一端连通大气。试样液面在微小气压作用下产生轻微的下移或扰动,使得通气管内的试样液面相应上移,安装在通气管大气末端的气压传感器能感应并监测这种上移。本标准中,微小气压作用下试样能流动的最低温度,就是倾点。

5 材料

可用的清洗剂包括乙醇、石油溶剂、丙酮等。用于试验后清洁试管、温度传感器和通气管。
警告:有些清洗剂可燃、本身有害或蒸气有害。

6 设备

6.1 自动倾点仪

具有微机控制功能,能加热和冷却试样、能在试样液面施加微小气压、能监测试样液面的移动并计算和报告倾点结果(如图 1 所示),具体见附录 A。

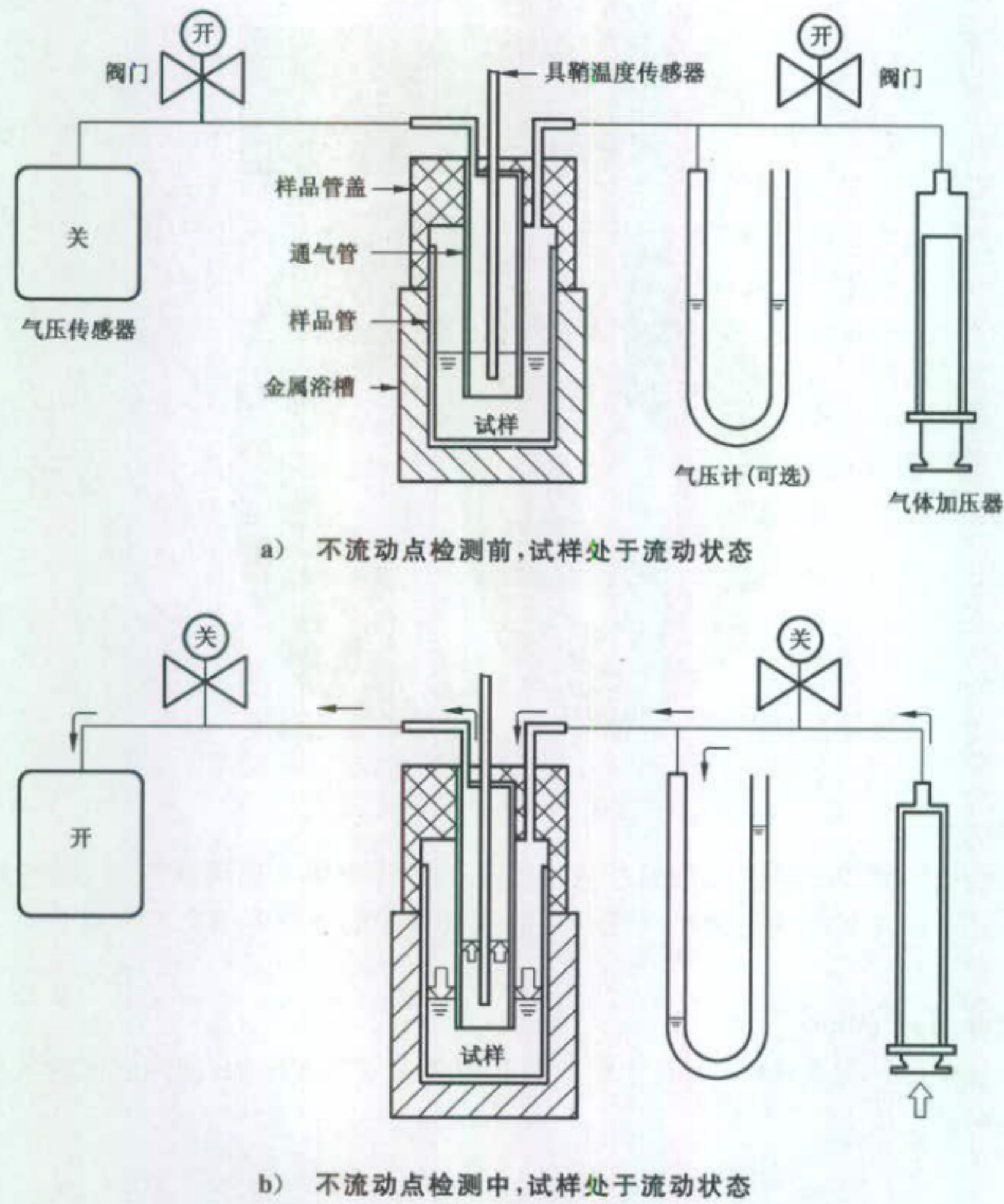
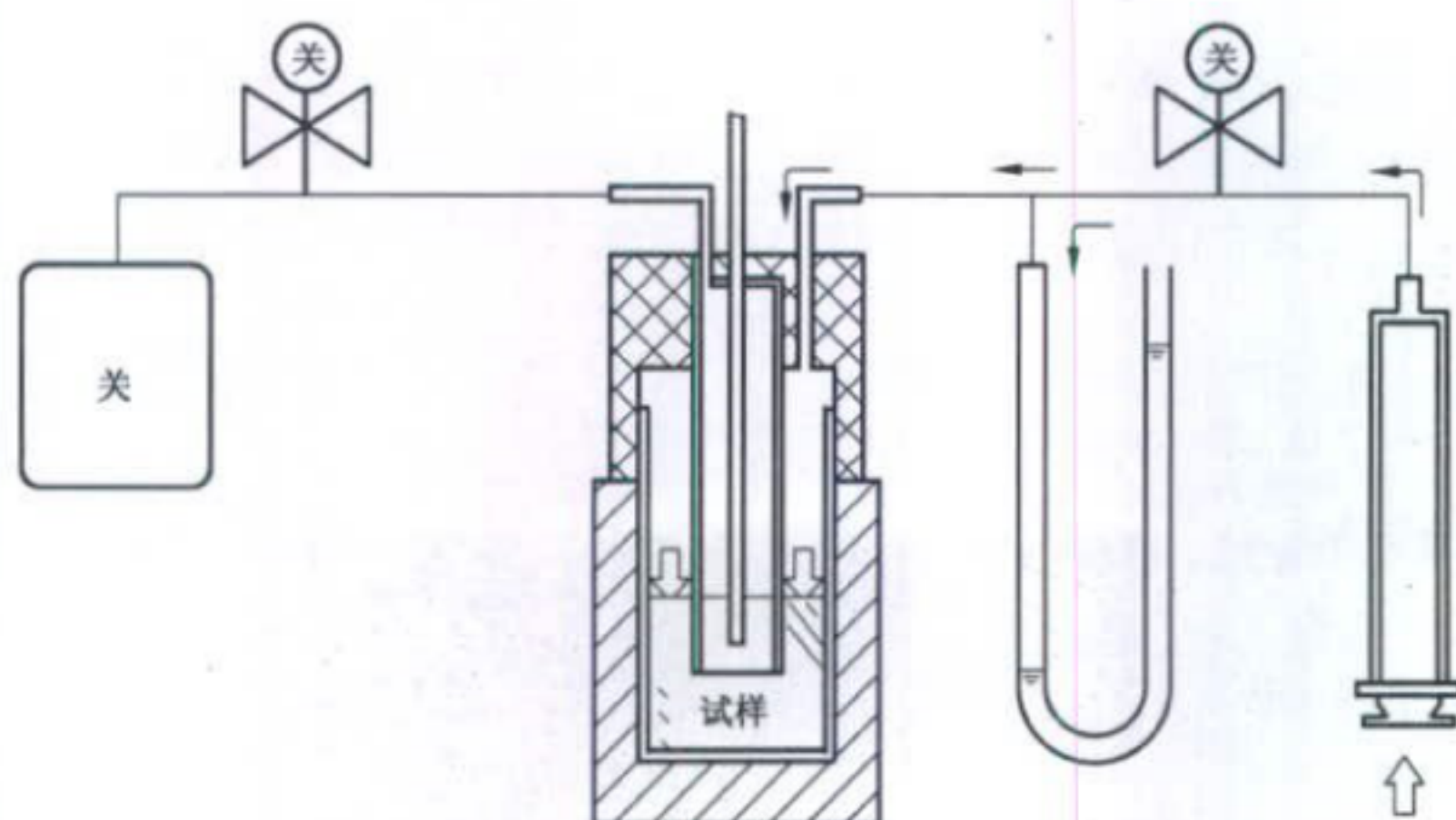


图 1 自动倾点仪原理示意图



c) 不流动点检测中,试样处不流动点状态

图 1 (续)

6.2 试管

由平底、圆筒状的透明玻璃制成,体积约 12 mL。有一条刻线,试样装至刻线时体积约 4.5 mL。管口上装紧试管管盖组件时,试样上方形成一个气密性空间。

6.3 试管管盖组件

由塑料制成,盖紧试管时能有效隔绝空气。塑料管盖底面正中间有一个圆孔,玻璃通气管的一端套进圆孔中,另一端固定有圆形金属帽。圆孔上方连接气压传感器(外有聚乙烯管保护套),为能在试样液面施加气压,紧挨通气管旁安装一根连接气体加压器的聚乙烯管并穿过塑料管盖。试验时,管盖组件盖紧于试管,通气管另一端浸入液面,这样,通气管和试管形成连通。通气管中间安装一根外部包有小口径金属鞘套的温度传感器。

6.4 金属浴槽

由金属制成,中间开一个能放置试管的圆柱状孔。浴槽装置具有加热和冷却功能,并嵌有温度探头用于监测温度。

7 取样

按 GB/T 4756、SN/T 0826 或 SN/T 0975 取得代表性样品。

8 仪器准备

- 8.1 根据仪器说明书,安装自动倾点仪。
- 8.2 清洁并干燥试管、温度传感器和通气管。
- 8.3 打开主机电源。

9 仪器校准

- 9.1 确保仪器的校准、核查、操作等都能符合仪器说明书的相关规定。
- 9.2 检查温度传感器和通气管的位置,必要时进行相应的调整。
- 9.3 校验仪器性能时,可采用有证倾点标准样或参考样,也可采用通过多个实验室间比对的样品。

10 试验步骤

10.1 将试样倒入试管至刻度线。必要时,可将试样置于水浴或烘箱中加热至流动,再倒入试管。对于预期倾点高于 36℃ 或者室温下呈凝固状的试样,应预先加热到 45℃ 以上,但不超过 70℃。

注 1: 较黏稠样品应先加热至流动再进行转移。除非很有必要,否则样品尽量不加热。

注 2: 如果样品温度超过 70℃,应当冷却至 70℃ 以下,才能转移到试管中。

10.2 将装有试样的试管放入金属浴槽,装好管盖组件并盖紧(6.3)。

10.3 按仪器说明书操作手册,选择测试模式(包括温度测试间隔)。打开仪器的预热试样功能,设置预期倾点(EPP)。可选择 1℃ 或 3℃ 的测试间隔,如果选择 3℃ 测试间隔的模式,EPP 必须为 3℃ 的整数倍。

10.4 启动仪器试验程序。金属浴槽温度升高并恒定于 48℃ 或 $EPP+12℃$ (选择较高者),试样自动预热至 45℃ 或 $EPP+9℃$ (选择较高者),但不超过 70℃。

10.5 试样预热结束后,开始自动冷却。金属浴槽以 3℃/min~4℃/min 的速率冷却至 $EPP+40℃$;从 $EPP+40℃$ 开始,金属浴槽以 0.8℃/min~1.1℃/min 的速率冷却至不流动点。

10.6 根据预设的 EPP,当试样到达始测温度时,仪器自动按照设定的温度测试间隔在试样液面施加气压,并开始监测不流动点。在微小气压作用下,如果试样仍处于液态时,通气管中的试样液面会上升;而当试样到达不流动点时,通气管中的试样液面则停滞不动。根据监测到的不流动点,仪器自动计算并显示倾点结果,倾点值等于不流动点加上温度测试间隔。同时,仪器自动停止冷却并开始升温。对于预期倾点为 36℃ 或高于 36℃ 的试样:自动倾点仪从 $EPP+9℃$ 开始检测不流动点。对于预期倾点为 31℃ 或介于 31℃~35℃ 之间的试样:自动倾点仪从 +45℃ 开始检测不流动点。对于预期倾点为 30℃ 或低于 30℃ 的试样:自动倾点仪从 $EPP+15℃$ 开始检测不流动点。

10.7 试验结束后,移开管盖组件,清洁试管和管盖组件。

注:残渣燃料油由于对受热史比较敏感,试验时参照 GB/T 3535 进行预处理。

11 结果表示

在 10.6 步骤中仪器显示的结果,就是倾点。

取重复测定的两个结果的平均值作为试验结果,同时注明温度测试间隔。

12 精密度

12.1 以 3℃ 为测试间隔

12.1.1 重复性(r):同一操作者在同一实验室使用同一台仪器在不变的操作条件下,对同一试样所获得的两个试验结果之差,在长期试验中,按本标准正确操作,在二十次中只有一次超过如下数值:2.5℃。

12.1.2 再现性(R):不同操作者在不同实验室对同一试样所获得的两个单独和独立试验结果之差,在长期试验中按本标准正确操作,在二十次中只有一次超过如下数值:3.1℃。

12.2 以 1℃ 为测试间隔

12.2.1 重复性(r):同一操作者在同一实验室使用同一台仪器在不变的操作条件下,对同一试样所获得的两个试验结果之差,在长期试验中,按本标准正确操作,在二十次中只有一次超过如下数值:1.1℃。

12.2.2 再现性(R):不同操作者在不同实验室对同一试样所获得的两个单独和独立试验结果之差,在长期试验中按本标准正确操作,在二十次中只有一次超过如下数值:2.2℃。

附录 A
(规范性附录)
自动倾点仪

A.1 试管

由平底、圆筒状的透明玻璃制成,外径 $21.0\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$,高 $45.0\text{ mm}\pm 0.5\text{ mm}$,壁厚 $1.0\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$,距试管内底部 $16.0\text{ mm}\pm 0.3\text{ mm}$ 处标有一刻线。

注:试管底部粘贴一片圆铝箔时,就可用来测定浊点。

A.2 管盖组件

A.2.1 塑料盖:能有效隔绝试管内外空气。

A.2.1 通气管:由玻璃制成,其中一端固定有一个圆形金属帽。外径 $8.0\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$,长 $55\text{ mm}\pm 1.0\text{ mm}$,壁厚 $1.0\text{ mm}\pm 0.1\text{ mm}$ 。当管盖组件套上试管时,通气管的金属端浸入试样液面约 9 mm 。

A.2.3 温度传感器:如铂电阻控头,裹有外径一般为 2 mm 的细不锈钢鞘,温度精度可达 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$,允差小于 1% 。

A.3 气压传感器

一种电子传感器,由乙烯管连接通气管,通过感应通气管内气压的变化来监测通气管内试样液面的上移。灵敏度高,压力精度至少达 21 Pa (即 $2\text{ mmH}_2\text{O}$)。

A.4 气体加压器

由电动马达驱动,能以一定的可控速率在试样液面施加微小的气压,如 310 Pa ($30\text{ mm H}_2\text{O}$)。

A.5 金属浴槽

由金属制成,其中开一个放置试管的圆筒状孔,可放置试管。具有加热和冷却试管中试样的功能,冷却系统能按照 10.5 规定的速率进行冷却控制。

A.6 压力计

一种 U 型压力计,安装在气体加压器和玻璃通气管之间,用于核查和校准(必要时)气体加压器产生的气体压力。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
石油产品倾点试验方法
自动气压法

SN/T 3017—2011

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字

2012年2月第一版 2012年2月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-22935 定价 16.00 元



SN/T 3017-2011