

GB/T 4985—1998

前 言

本标准等同采用 ASTM D1321—95《石油蜡针入度测定法》，对 GB/T 4985—85《石油蜡针入度测定法》进行了修订。

本次修订工作主要是方法的精密度和测定温度，并完善了高温点的测定手段。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准自实施之日起，同时代替 GB/T 4985—85。

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由抚顺石油化工研究院归口。

本标准起草单位：抚顺石油化工公司石油一厂、抚顺石油化工研究院。

本标准主要起草人：杨红苗、高素清、杨令儒。

本标准于 1985 年 3 月首次发布。

中华人民共和国国家标准

石油蜡针入度测定法

Determination of needle
penetration of petroleum waxes

GB/T 4985—1998

代替 GB/T 4985—85

1 范围

本标准规定了通过测量标准针刺入深度,评价石油蜡硬度的方法。
本标准适用于针入度值不大于 250 的石油蜡。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过引用而成为本标准的一部分,除非在标准中另有明确规定,下述引用标准都应是现行有效标准。

SH/T 0132 石油蜡冻凝点测定法

3 术语

针入度 Needle petroleum

在规定的条件下,标准针垂直刺入蜡试样的深度,以 10^{-1} mm 为单

4 方法概要

将试样熔化,加热到其冻凝点以上约 17°C ,倒入成型器中,在控制条件下,置于空气中冷却,然后用水浴将试样温度控制在试验温度,用针入度计测量其针入度,将针入度计的标准针在 100 g 负荷下刺入试样 5 s。

5 意义和用途

石油蜡的硬度各异,针入度是测量石油蜡硬度的方法,硬度对其他物理性质有明显影响。

6 仪器

6.1 针入度计

用于使标准针接触试样表面并且在试验后给出刺入的深度。针入度计在指示器读数为“零”时,针尖应能准确置于试样的水平面上。

图 1 中的装置是两种调节方式的组合图:一种是调节测试台;另一种是调节指示器针组件,二者任选其一。在释放时,带负荷的针必须脱落且无明显阻力。仪器上备有水平调节螺丝和酒精水准器,用以保证滑杆轴处于垂直的位置。指示器的刻度按 10^{-1} mm 精度校准,刻度范围不少于 250 个 10^{-1} mm。

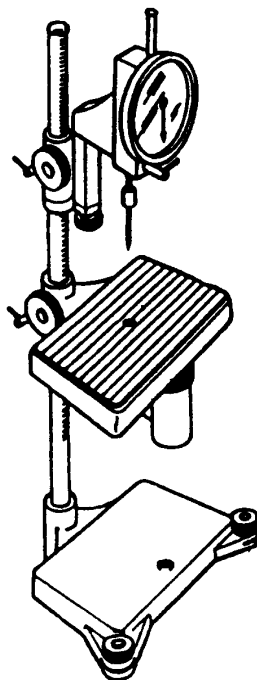


图1 针入度计

6.2 计时器

针入度计可附有自动释放计时机构,也可使用分度为 0.1 s 的秒表。

6.3 标准针和滑杆

标准针的尺寸要求见图 2,针长约 83 mm,针的一端被对称地加工成圆锥形。锥体的锥角在 $8^{\circ}55' \sim 9^{\circ}25'$ 范围内,锥体轴与针杆轴重合,最大偏心率(指示器全程刻度)在 0.13 mm 之内。锥体部分要用充分硬化并回火的 440-C 级或相当的不锈钢制作,其洛氏硬度为 C57~60,锥尖磨光并截掉尾部成为截顶圆锥体,小头的截面直径为 0.14~0.16 mm。截面与轴轴成直角,允许偏离在 2° 以内,边缘应锐利而无芒刺,锥面与截面顶的粗糙度为 $0.2 \mu\text{m}$ 。标准针的实际重量为 $2.5 \text{ g} \pm 0.05 \text{ g}$ (用杆钻孔深度调整),滑杆的总重量为 $47.5 \text{ g} \pm 0.05 \text{ g}$,滑杆上加 $50 \text{ g} \pm 0.05 \text{ g}$ 重物。

注:标准针要经计量部门按上述要求检定。

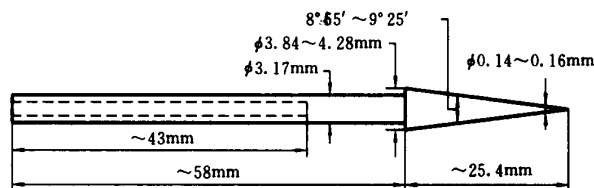


图2 标准针

6.4 试样成型器

成型器为两端开口的黄铜圆筒,内径 25.4 mm,高 31.8 mm,壁厚 3.2 mm。为避免过硬蜡样滑动,在筒内壁的中心部位刻上少数螺纹式沟槽。在试样成型时,将成型器置于用等体积甘油和水混合物润湿过的黄铜板上。

6.5 试验室或试验箱

能保持 $23.9^{\circ}\text{C} \pm 2.2^{\circ}\text{C}$ 。

6.6 水浴

水浴的容积不少于 10 L,能保持试验温度准确至 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。水浴可用玻璃制作或开一可以水平观察

试样的看窗,试样浸在水浴中的深度不少于 102 mm,并将其置于离浴底不少于 51 mm 的多孔调节架上。还需在低于水面约 51 mm 处装有固定的多孔试样架,用来支承进行针入度测定时的试样。测定也可在另一个恒温小水浴中进行,详见附录 A。

6.7 温度计

温度计是用于水浴温度测量的精密温度计,全浸型,刻度范围 25~55℃。具体要求如下:

温度范围	25~55℃
最小分度	0.1℃
长线分度	0.5℃
刻度分度	1℃
示值误差	最大 0.1℃
允许最高加热温度	105℃
全长	379 mm±5 mm
杆直径	7~8 mm
水银球长	25~35 mm
水银球直径	6~7 mm
冰点范围	-0.5~+0.5℃
球底到冰点距离	60~70 mm
球底到收缩室底的距离	最小 80 mm
球底到收缩室顶的距离	最大 100 mm
球底到 25℃ 刻线距离	115~135 mm
球底到 55℃ 刻线距离	324~344 mm

6.8 黄铜板

黄铜板规格为 63.5 mm×38 mm×6.4 mm,用于成型时承托试样。该板在样品冷却期间要置于软木塞上。

7 试样制备

将蜡样加热至其冻凝点以上约 17℃,防止局部过热。充分搅拌使蜡样均匀并使气泡逸出。在保持 23.9℃±2.2℃ 的试验室或试验箱内,将黄铜板置于两个软木塞上(16 号或 18 号),然后用等体积甘油和水混合物润湿黄铜板的上表面。将成型器放在黄铜板上,然后将蜡样倒入成型器内,使其形成凸弯月面。将其在 23.9℃±2.2℃ 的温度下冷却 1 h。然后从成型器顶部刮去凸出的蜡,从黄铜板上取下,将与黄铜板接触的蜡表面朝上,在试验温度±0.1℃ 的水浴中放置 1 h。

注:很硬的蜡往往因收缩而与器壁分离,在这种情况下允许再注入蜡样使之嵌合。

8 试验步骤

8.1 将针入度计基底转向背后,使针入度计的头部置于水浴边缘,并置于支承试样的多孔试验架的上方。可能需要在基座上放一重物,以平衡头部的重量,将针入度计和水浴中的多孔试验架调至水平。也可将一小水浴置于针入度计台架上,保持小水浴中的水温在试验温度±0.1℃(见附录 A),每次测定前,用 6.7 中所规定的温度计测量小水浴温度,温度计露出部分校正值得于或超过 0.05℃ 时需加校正值得。

8.2 将装有试样的成型器置于多孔试验架上或小水浴中,使与黄铜板接触的光滑面朝上,并确保试验过程中成型器和试验架或小水浴不晃动。水面调至高于试样上表面 25 mm,将试样保持在试验温度±0.1℃ 内。

注:试验温度可以在 25~55℃ 范围内的任一温度,通常使用的是 25℃、35℃、45℃ 或 50℃。

8.3 加 50 g 重物于标准针上,使针及其附件的总质量为 100 g±0.15 g,检查释放机构是否卡杆,指示

器应在“零”位。按针入度计不同类型调节指示器组件或调节台,调到针尖几乎触及蜡的表面,并将位置固定。

8.4 用微调法使针尖恰好接触试样的蜡表面,观察针尖投影有助于准确调节。5 min 后,释放滑杆并持续 5 s,用自动计时器或 0.1 分度的秒表计时。用秒表计时,应在试验前开动秒表,当表的秒针走到某一刻度时释放滑杆,到 5 s 时立即卡住滑杆。轻轻压下指示器杆直至被滑杆顶住为止,并由指示器刻度盘读出针入度值。

8.5 在距成型器边缘至少 3.2 mm 的圆周上,取约相等间隔(不少于 12.7 mm)的四个点进行测定,每个点测定前用清洁的干布顺针尖方向仔细擦拭,以除去所有的附着的蜡,并按 8.4 中的要求定位标准针,然后再进行测定。

9 报告

取四个点的测定值的算术平均值作为测定结果,精确到 10^{-1} mm,同时报告试验温度。

10 精确度和偏差

10.1 根据实验室间测定结果的统计分析确定方法的精密度如下:

10.1.1 重复性

用一台仪器,在恒定不变的操作条件下,由同一操作者,对同一试样进行两次连续测定结果之差超过下列公式计算值的,二十次中仅有一次。

$$r = 1.72 \times [10^{0.00524(\bar{X})}] \dots\dots\dots(1)$$

式中: r —— 重复性;
 \bar{X} —— 针入度。

10.1.2 再现性

由不同操作者在不同实验室对同一试样进行测定,所得任意两个独立结果之间的差值超过下述计算值的,二十次中仅有一次。

$$R = 4.81 \times [10^{0.00442(\bar{X})}] \dots\dots\dots(2)$$

式中: R —— 再现性;
 \bar{X} —— 针入度。

10.1.3 由上面的两个公式计算出的各针入度值重复性和再现性列于表 1。

表 1 对不同针入度值所计算出的重复性和再现性

针入度 \bar{X}	重复性	再现性	针入度 \bar{X}	重复性	再现性
10	2	5	80	5	11
20	2	6	90	5	12
30	2	7	100	6	13
40	3	7	125	8	17
50	3	8	150	11	22
60	4	9	175	14	29
70	4	10	200	19	37

10.2 偏差

因为针入度值的确定只依据一种试验方法,因此本方法没有偏差。

附录 A
(标准的附录)
小水浴恒温仪

A1 本仪器专为石蜡针入度而研制,能对四个恒温点进行计算机智能控制,按下所需温度按键,即进入自动控制升温及恒温状态。

A2 在升温阶段,由于不同环境影响,可以超过恒温点 1°C 左右,此时可待其自动回到恒温点,不必采用其他降温办法。

A3 环境温度要在 $15\sim 25^{\circ}\text{C}$,室内空气保持稳定。

A4 恒温精度为 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$,并保证上下左右均匀。

A5 与恒温仪配套的小水浴,外径 $140\text{ mm}\pm 1\text{ mm}$,高 $80\text{ mm}\pm 1\text{ mm}$,底部内外都要达到玻璃板一样平整,以免成型器和小水浴晃动。
