

石油倾点测定法

GB 3535—83
≈ISO 3016—1974

Petroleum oils—Determination of pour point

本方法适用于测定石油和石油产品的倾点。试样在规定的条件下冷却时，能够流动的最低温度，称为倾点。

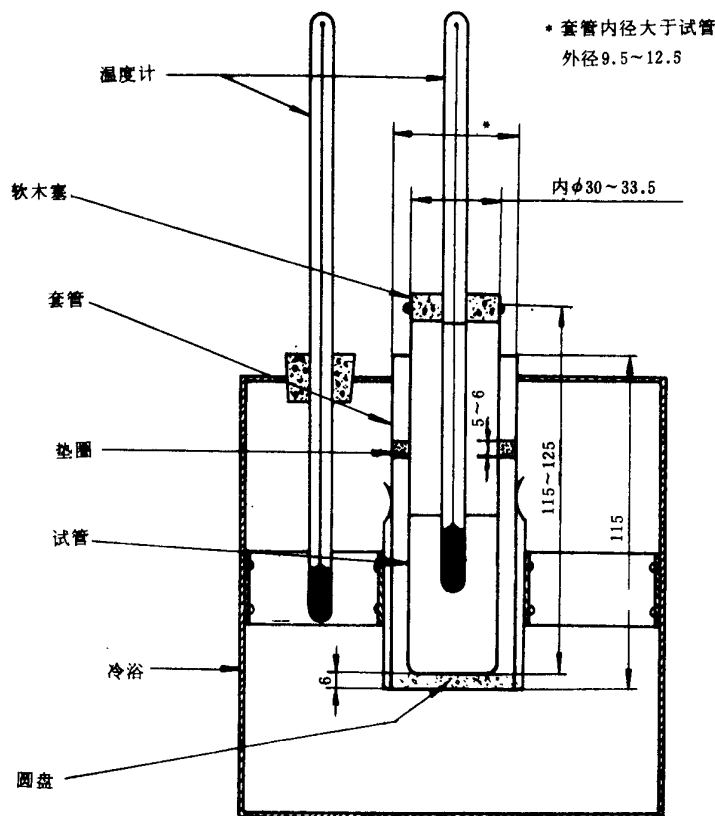
本方法是按国际标准ISO 3016—1974《石油倾点测定法》制订的，在冷却剂、冷浴温度、试样加热和冷却温度、垫圈放置位置、下倾点测定的加热温度等规定稍有差异。

1 方法概要

1.1 试样经预热后，在规定速度下冷却，每间隔3℃检查一次试样的流动性。记录观察到试样能流动的最低温度作为倾点。

2 仪器

倾点试验器（见图）。



2.1 试管：由透明玻璃制成的圆筒状，平底。试管内径为30.0~33.5毫米，高为115~125毫米。在试管的45毫升体积处，标有一条长刻线；刻线上、下3毫米处还标有允许试样量波动的短刻线。

2.2 温度计（详见附录A）：

2.2.1 高浊点和高倾点温度计：测温范围 $-38\sim 50^{\circ}\text{C}$ ，分度为 1°C 。

2.2.2 低浊点和低倾点温度计：测温范围 $-80\sim 20^{\circ}\text{C}$ ，分度为 1°C 。

2.3 软木塞：配试管用，塞的中心打有插温度计的孔。

2.4 套管：由玻璃或金属制成的圆筒状，平底，不漏水。其高约115毫米。内径大于试管的外径9.5~12.5毫米。

2.5 圆盘：软木或毛毡制成，6毫米厚，直径与套管内径相同。

2.6 垫圈：环形，5~6毫米厚，由软木、毛毡或其他适当材料制成，要求有弹性，使其紧贴试管外壁，但贴在套管内壁是松宽的；同时还要有足够硬度，以保持其形状。垫圈的用途是防止试管与套管相接触。

2.7 冷浴：型式要适合于取得规定温度要求。尺寸和形状可任意选择，但一定要把套管紧紧地固定在垂直的位置。测定 10°C 以下的倾点，需要两个以上的冷浴。其浴温可用冷冻或者合适的冷却剂来保持。

注：一般来说，在 0°C 以上用水和冰；在 -15°C 以下用工业乙醇和干冰（或液态氮气等）。也可用其他致冷方式来达到要求的浴温。

3 试验步骤

3.1 将清洁试样倒入试管至刻线处。对粘稠试样可在水浴中加热至流动后，倒入试管内。

注：如试样在24小时前曾加热到高于 45°C 的温度，或不知其加热情况，则在室温下保持试样24小时后再作试验。

3.2 用插有高浊点和高倾点温度计的软木塞紧紧地塞住试管，如果倾点高于 39°C ，所用温度计如注①。调整软木塞和温度计的位置，使软木塞紧紧地塞住试管，使温度计和试管在同一轴线上，浸没温度计水银球，使温度计的毛细管起点应浸在试样液面以下3毫米处如注②。

注：① 测定倾点高于 39°C 的试样时，允许使用 $32\sim 105^{\circ}\text{C}$ 范围的任何温度计。建议用 0.5°C 刻度的全浸温度计。

② 试验前要校验温度计的冰点，如其冰点偏离 0°C ，且超过 1°C 时，则应进一步检验或重新校正。

3.3 将试管中的试样进行以下的预处理：

3.3.1 试样的倾点在 $33\sim -33^{\circ}\text{C}$ 之间

在不搅动试样的情况下，将试样放入 $48\pm 1^{\circ}\text{C}$ 的水浴中加热至 $45\pm 1^{\circ}\text{C}$ ；在空气或约 25°C 水浴中冷却试样至 $36\pm 1^{\circ}\text{C}$ ，再按本方法3.4继续试验。

3.3.2 试样的倾点高于 33°C

在不搅动试样的情况下，将试样放入 $48\pm 1^{\circ}\text{C}$ 的水浴中加热至 $45\pm 1^{\circ}\text{C}$ 或至高于预期倾点温度大约 9°C （见本方法3.2注①），取其较高的一个温度，然后按本方法3.4继续试验。

3.3.3 试样的倾点低于 -33°C

按本方法3.3.1加热试样，再放入 $7\pm 1^{\circ}\text{C}$ 的水浴中冷却至 $15\pm 1^{\circ}\text{C}$ ，取出高浊点和高倾点温度计，换上低浊点和低倾点温度计。再按本方法3.4继续试验。

3.4 圆盘、垫圈和套管内外都应清洁和干燥。将圆盘放在套管的底部。将垫圈放在距试管内试样液面上方约25毫米处。将试管放入套管内。

3.5 保持冷浴的温度在 $-1\sim 2^{\circ}\text{C}$ 。将带有试管的套管稳定地装在冷浴的垂直位置上，使套管露出冷却介质液面不大于25毫米。

3.6 试样经过足够的冷却后，形成石蜡结晶，应十分注意不要搅动试样和温度计，也不允许温度计在试样中有移动；对石蜡结晶的海绵网有任何扰动都会导致结果偏低或不真实。

3.7 对倾点高于 33°C 的试样，试验从高于预期倾点 9°C 开始，对其他倾点试样则从高于预期倾点 12°C 开始。每当温度计读数为 3°C 倍数时，要小心地把试管从套管中取出，倾斜试管，到刚好能观察到试管内试样是否流动。取出试管到放回试管的全部操作。要求不超过3秒钟。如果温度已降到 9°C 。试样仍流动，则将试管移到温度保持在 $-18\sim -15^{\circ}\text{C}$ 的（见注）第二个冷浴的套管中；如果温度已降到 -6°C ，试样仍流动，则将试管移到温度保持在 $-35\sim -32^{\circ}\text{C}$ 的第三个冷浴的套管中。

为测定极低的倾点需附加浴时，每个浴的温度要保持在比前一个浴的温度低 17°C （以下顺序浴温为 $-52\sim-49^{\circ}\text{C}$ ， $-69\sim-66^{\circ}\text{C}$ 和 $-86\sim-83^{\circ}\text{C}$ 等）。每当试样温度达到高于新浴的温度 27°C （以下顺序转移温度为 -24°C 、 -42°C 和 -57°C 等）时，就要转移试管（见注），但决不能将冷的试管直接放到冷却介质中。当倾斜试管，发现试样不流动时，就立即将试管放在水平位置上，仔细观察试样的表面，如果在5秒钟内（可用秒表或其他准确的计时器测定）还有流动，则立即将试管放回套管，待再降低 3°C 时，重复地进行流动试验。

注：套管可留在浴中，也可与试管一起移动。

3.8 按以上步骤继续进行试验，直到试管保持水平位置5秒钟而试样无流动时，记录观察到的试验温度计读数。

3.9 对深色油、汽缸油和非馏分燃料油按本方法3.1~3.8所述步骤进行，所得的结果是上（最高）倾点（见注）。如有需要，可在搅拌的情况下加热试样到 $105\pm 1^{\circ}\text{C}$ ，并倒入试管，如前所述冷却至 $36\pm 1^{\circ}\text{C}$ ，再按本方法3.1~3.8所述步骤测得下（最低）倾点。

注：当已知试样在24小时前曾加热到高于 45°C 的某一温度，或不知其加热过程时，则在试验前将试样加热至 $100\pm 1^{\circ}\text{C}$ ，然后在室温中保持24小时。

4 计算

按本方法3.8记录的温度加 3°C ，作为试样倾点的结果。

5 精密度

用下述规定判断试验结果的可靠性（95%置信水平）。

5.1 重复性

同一操作者重复测定两个结果之差不应超过 3°C 。

5.2 再现性

由两个实验室提出的两个结果之差不应超过 6°C 。

5.3 特殊情况

按3.9所述方法测定试样的倾点，此再现性不合适，因为这些试样的倾点随其加热历程会表现有反常的现象。

注：本精密度是1982年由6个试样，在9个实验室开展统计试验，并对试验结果进行数据处理和分析得来的。

6 报告

取重复测定两个结果的算术平均值作为倾点。对黑色油等按要求报告其结果为上倾点或下倾点。

附 录 A
温 度 计 规 格
(补充件)

规格	高浊点和高倾点	低浊点和低倾点
范围	-38~50℃	-80~20℃
浸入深度	108毫米	76毫米
细刻度	1℃	1℃
分刻度	5℃	5℃
数字刻度	10℃	10℃
刻度误差不超过	0.5℃	1℃(-33℃和-33℃以上) 2℃(-33℃以下)
膨胀室, 允许加热至	100℃	60℃
全长	230±5毫米	230±5毫米
棒径	7~8毫米	7~8毫米
球长	7.0~9.5毫米	8.0~9.5毫米
球径	5.5~7.0毫米	5.0~6.5毫米
球底到刻线的距离	到-38℃ 120~130毫米	到-57℃ 120~130毫米
球底到刻线的距离	到50℃ 195~205毫米	到20℃ 182~196毫米

附加说明:

本标准由中华人民共和国石油工业部提出, 由石油化工科学研究院归口。

本标准由石油化工科学研究院起草。

GB 3535—83《石油倾点测定法》第1号修改单

本修改单业经国家技术监督局于1990年6月13日以技监国标发〔1990〕064号文批准,自1990年7月1日起实行。

3.7条第1段后补充注:

“注:如果试样的预期倾点不是3℃的倍数,则以3℃间隔检查试样是否流动。每个冷浴的温度和转移试管的温度不变。”
