

中华人民共和国国家标准

GB/T 4985—2021

代替 GB/T 4985—2010

石油蜡针入度测定法

Standard test method for needle penetration of petroleum waxes

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

订单号: 0100211217097204 防伪编号: 2021-1217-1020-4646-2454 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 4985—2010《石油蜡针入度测定法》，与 GB/T 4985—2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了费托蜡、合成蜡、生物蜡的内容(见第1章)；
- b) 增加了自动针入度计的内容(见5.1.3)；
- c) 更改了“试验室或试验箱：能保持在 $23.9\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ”为“试验室或试验箱：能保持在 $24.0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ ”(见5.5,2010年版的5.5)；
- d) 增加了试剂的内容(见5.9)；
- e) 增加了自动针入度计试验步骤的内容(见7.2)；
- f) 增加了质量控制的内容(见第9章)；
- g) 更改了试验温度 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 重复性(见10.1.2,2010年版的9.1.1)、增加了试验温度 $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 重复性(见10.1.2)、增加了试验温度 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 重复性(见10.1.2)、更改了试验温度 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 再现性(见10.1.3,2010年版的9.1.2)、增加了试验温度 $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ 再现性(见10.1.3)、增加了试验温度 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 再现性(见10.1.3)；
- h) 更改了表1典型针入度值对应的重复性和再现性(见表1,2010年版的表1)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出并归口。

本文件起草单位：中国石油化工股份有限公司大连石油化工研究院、中国石油化工股份有限公司荆门分公司、中国石油化工股份有限公司茂名分公司、中国石油天然气股份有限公司大连石化分公司、中国石油天然气股份有限公司抚顺石化分公司、辽宁省检验检测认证中心。

本文件主要起草人：郭士刚、王少军、高旭锋、凌凤香、张会成、蒋秀华、刘锦凤、于锡闻、吕申宏、段卫宇。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1985年首次发布为 GB/T 4985—1985,1998年第一次修订,2010第二次修订；
- 本次为第三次修订。

订单号: 0100211217097204 防伪编号: 2021-1217-1020-4646-2454 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

石油蜡针入度测定法

警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件的使用可能涉及到某些有危险的材料、设备和操作,但并未对与此有关的所有安全问题都提出建议。用户在使用本文件之前有责任制定相应的安全和保护措施,并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本文件描述了通过测量标准针刺入蜡试样的深度,评价蜡硬度的方法。

本文件适用于针入度值不大于 250 1/10 mm 的石油蜡,也可用于测定费托蜡、合成蜡和生物蜡等,但本文件未给出测定合成蜡和生物蜡等的精密度。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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—2005 石油产品试验用玻璃液体温度计技术条件

GB/T 2539 石油蜡熔点的测定 冷却曲线法

NB/SH/T 0843 石化行业分析测试系统的评价统计技术法

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

石油蜡针入度 penetration of petroleum wax

在规定的条件下,标准针垂直刺入蜡试样的深度,以 1/10 mm 为单位。

注:例如,针入度计刻度盘示数 85,表示针入度值为 85 1/10 mm,刺入深度为 8.5 mm。

3.2

针入度计 penetrometer

通过测量规定重量的针或锥在规定重力作用下刺入试样的深度,以测定固体或半固体试样稠度或硬度的仪器(或装置)。

4 原理

将试样加热至预期冻凝点或熔点以上至少 17 °C 使其熔化后倒入成型器中,在规定条件下置于空气中冷却成型,然后在水浴中将成型试样温度控制在试验温度,用针入度计的标准针在 100 g 负荷下刺入试样 5 s,测量其针入度。试验温度可以选择 25 °C ~ 55 °C 范围内的任一温度,通常使用的是 25 °C、35 °C、40 °C、45 °C 或 55 °C。

5 仪器与试剂

5.1 针入度计

5.1.1 针入度计:示意图如图 1 所示,本文件中用标准针来测定蜡试样的硬度,总负荷包括标准针、滑杆和 50 g 砝码共 100 g。

5.1.2 手动针入度计:用于使标准针接触试样表面,并在试验完成时测量标准针刺入试样深度。手动针入度计在指示器读数为“零”时,针尖通过调节装置调节应能准确置于蜡试样的表面上。调节装置一种为可调节测试台,另一种为可调节针组件,二者任选其一。仪器上备有水平调节螺丝和水准仪,以保证滑杆轴处于垂直位置,在释放带负荷的标准针时,标准针应在无明显的阻力下脱落。指示器的刻度应标定为 $1/10$ mm,刻度范围应不少于 $250\ 1/10$ mm。

5.1.3 自动针入度计:用于使标准针接触试样表面,开始测量时由自动计时装置控制刺入时间,自动测量和报告针入度值,单位 $1/10$ mm,测量范围应不少于 $250\ 1/10$ mm。自动针入度计备有可调节针组件,通过调节针尖应能准确置于蜡试样的表面上。备有水平调节螺丝和水准仪,以保证滑杆轴处于垂直位置,在释放带负荷的标准针时,标准针应在无明显的阻力下脱落。备有自动计时装置和自动测量标准针刺入试样深度装置。

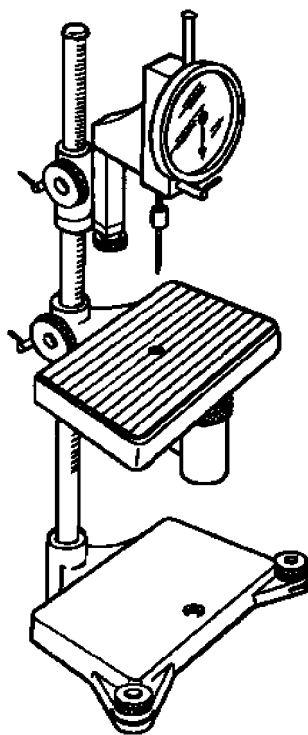


图 1 针入度计示意图

5.2 计时器

可以使用针入度计附带的自动计时装置,或者选择精度 0.1 s 的秒表。

5.3 标准针和滑杆

标准针的尺寸按图 2,针长约 83 mm。针的一端为对称地逐渐尖细成圆锥形,整个锥体长度的锥角应在 8°55′~9°25′范围内,锥体轴与针杆轴重合,最大偏心率(最大偏移)在 0.13 mm 之内。锥体部分要用充分硬化并回火的不锈钢制成,等级 440C 或者相当,洛氏硬度值 57 HRC~60 HRC。锥体渐变细后,磨掉尖端使之成为截顶圆锥体,小头的截面直径为 0.14 mm~0.16 mm。截面与针轴成直角,允许偏离在 2°以内,边缘应锐利而无芒刺,锥面与截面顶的光洁度为 0.2 μm(rms)。标准针的实际质量为 2.5 g±0.05 g (通过杆钻孔和调整长度达到规定质量),滑杆的总质量为 47.5 g±0.05 g,滑杆上加 50 g±0.05 g 的砝码。标准针、滑杆和砝码需经检定满足上述要求。

单位为毫米

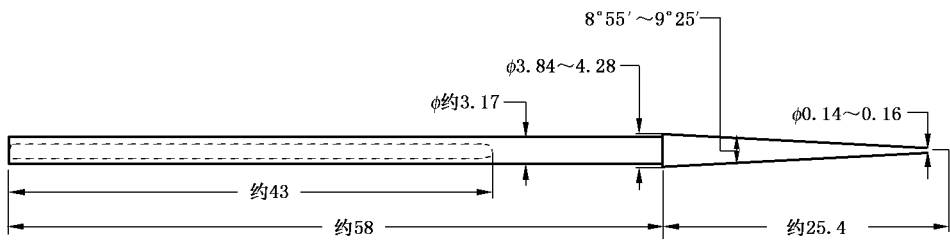


图 2 标准针

5.4 试样成型器

为两端开口的黄铜圆筒,内径 25.4 mm±1.6 mm,高 31.8 mm±1.6 mm,壁厚 3.2 mm±1.6 mm,为避免过硬蜡样滑动,在筒内壁的中心部位刻上少量螺纹或沟槽。在试样成型时,将成型器置于用甘油水溶液润湿过的黄铜板上。

5.5 试验室或试验箱

能保持在 24.0 °C±2.0 °C。

5.6 水浴

水浴的容积不少于 10 L,能保持试验温度准确至±0.1 °C。应能浸没试样的深度不少于 102 mm,并由离水浴底不少于 51 mm 的多孔调节架支撑试样,水浴也应在低于水面约 51 mm 处装备一刚性的多孔试样架,用来固定针刺入时的试样;或者选择可置于针入度计测试台上的水浴,保持水浴中的水温在试验温度(±0.1 °C之内)和试样上下面必需的水循环,成型试样置于多孔试样架上,保证水浴水面至少高于试样上表面 25 mm;水浴用玻璃或者其他合适的透明材料制作,或开一可以水平观察试样的看窗。

5.7 温度计

用于水浴温度测量的精密温度计,全浸型,刻度范围 25 °C~55 °C。符合 GB/T 514—2005 中规定的编号为 GB-71 温度计的要求。

5.8 黄铜板

规格为长 63.5 mm±1.6 mm、宽 38.0 mm±1.6 mm、厚 6.4 mm±1.6 mm,用于样品准备成型时承托试样。该板在样品冷却期间置于绝热的材料上,如软木塞或橡胶塞。

订购号: 0100211217097204 防伪编号: 2021-1217-1020-4646-2454 购买单位: 北京中培质联

5.9 试剂

甘油水溶液(体积分数 50%)。

6 试样准备

将蜡试样加热至其预期冻凝点(按 SH/T 0132 方法测定)或熔点(按 GB/T 2539 方法测定)以上至少 17℃ 熔化,防止局部过热,确保蜡试样均匀且无气泡。在 $24.0\text{℃} \pm 2.0\text{℃}$ 的试验室或者试验箱内(5.5),将黄铜板(5.8)置于稳定支撑物如橡胶塞或者软木塞上,然后用试剂(5.9)润湿黄铜板上表面。将试样成型器(5.4)放在黄铜板上,然后将熔化的蜡试样倒入试样成型器内,使其形成凸弯月面。将其在 $24.0\text{℃} \pm 2.0\text{℃}$ 的温度下冷却 1 h。刮去试样成型器顶部多余的蜡试样,取下黄铜板,将与黄铜板接触的蜡试样表面朝上,置于多孔试样架上,在试验温度 $\pm 0.1\text{℃}$ 的水浴(5.6)中放置 60 min。很硬的蜡有时因收缩而与试样成型器分离,在这种情况下允许用楔形物将成型器中的蜡样塞紧。

7 试验步骤

7.1 手动针入度计

7.1.1 将手动针入度计的头部置于水浴(5.6)边缘,并置于支撑试样的多孔试样架的上方。可在针入度计基座上放一重物,以平衡头部。将针入度计和水浴中的多孔试样架调至水平。

7.1.2 确保测试过程中试样成型器和多孔试样架不晃动,调整水浴水面至少高于试样上表面 25 mm,保持在试验温度($\pm 0.1\text{℃}$ 之内),测定每个样品前,用 5.7 中所规定的温度计测量水浴的温度。

7.1.3 加 50 g 砝码于标准针上,使标准针及其附件的总质量为 $100\text{ g} \pm 0.15\text{ g}$ 。检查释放装置是否卡杆,指示器应在“零”位。按调节装置不同类型调节针组件或调节测试台,调到标准针尖几乎触及试样的表面,针尖位于距试样成型器边缘至少 3.2 mm 的圆周上且四次测试位置取约相等间隔(分开不少于 12.7 mm),在此位置安全地锁定可移动的组件。

7.1.4 微调使标准针尖恰好接触蜡试样的表面,观察标准针尖投影有助于准确调节。确定水浴温度在规定范围内后,释放滑杆并持续 $5\text{ s} \pm 0.1\text{ s}$,用自动计时装置或用精度 0.1 s 的秒表计时。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。

7.1.5 按照 7.1.3 和 7.1.4 要求再进行其余三个测试位置的测定,每次测定前用清洁的干布顺针尖方向仔细擦拭,以除去所有附着的蜡试样。

7.2 自动针入度计

7.2.1 将自动针入度计的可调节针组件置于水浴(5.6)上方,并置于支撑试样的多孔试样架的上方,按照 7.1.2 执行。

7.2.2 根据仪器说明书设置针入度计,按照 7.1.3~7.1.5 中要求测试针入度值。

8 结果报告

记录试样 4 个测试位置的测定值,计算平均值为试验结果,取整数,同时报告试验温度,如 $85\text{ }1/10\text{ mm}(35\text{ }^{\circ}\text{C})$ 。

9 质量控制

9.1 用均匀、稳定、充足,且有代表性的相关样品作为质量控制样品,通过分析质量控制样品来确定分析试验过程的可靠性。

9.2 当实验室的质量控制程序已经建立时,这些协议可用于确认试验结果的可靠性。

9.3 当实验室没有建立质量控制程序时,应依据试样分析步骤分析质量控制样品。质量控制样品两次试验结果的差值应符合方法规定的重复性要求。如果试验结果超出范围,应分析原因确定超限源,并进行修正。

9.4 宜按 NB/SH/T 0843 的要求采用质量控制图的统计分析技术确认试验结果的可靠性。

10 精密度和偏差

10.1 精密度

10.1.1 **概述:**按以下规定判断结果的可靠性(95%置信水平),其中 35℃ 的精密度是依据 GB/T 6683 方法的要求,由 6 个实验室对 10 个样品进行协作试验得到的。

10.1.2 **重复性:**在同一实验室,由同一操作者使用同一仪器设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一样品进行试验,所获得的两次重复试验结果之差不应大于公式(1)或公式(2)或公式(3)中计算的数值。典型针入度值对应的重复性见表 1。

$$\begin{aligned} r_{25\text{℃}} &= 1.72 [10^{0.005\,24(\bar{X})}] && \dots\dots\dots (1) \\ r_{35\text{℃}} &= 0.033\,04 (\bar{X})^{1.208\,9} && \dots\dots\dots (2) \\ r_{40\text{℃}} &= 0.990\,5 (\bar{X})^{1.117\,5} && \dots\dots\dots (3) \end{aligned}$$

式中:

$\bar{X}$ ——两次试验结果的平均值,单位为十分之一毫米(1/10 mm);

$r_{25\text{℃}}$ ——试验温度 25℃ 重复性;

$r_{35\text{℃}}$ ——试验温度 35℃ 重复性;

$r_{40\text{℃}}$ ——试验温度 40℃ 重复性。

10.1.3 **再现性:**在不同实验室,由不同操作者,使用不同的仪器设备,按相同的测试方法,对同一样品进行试验得到的两个单一、独立试验结果之差不应大于公式(4)或公式(5)或公式(6)中计算的数值。典型针入度值对应的再现性见表 1。

$$\begin{aligned} R_{25\text{℃}} &= 4.81 [10^{0.004\,42(\bar{X})}] && \dots\dots\dots (4) \\ R_{35\text{℃}} &= 0.181\,2 (\bar{X})^{1.058\,4} && \dots\dots\dots (5) \\ R_{40\text{℃}} &= 0.174\,6 (\bar{X})^{1.117\,5} && \dots\dots\dots (6) \end{aligned}$$

式中:

$\bar{X}$ ——两次独立试验结果的平均值,单位为十分之一毫米(1/10 mm);

$R_{25\text{℃}}$ ——试验温度 25℃ 再现性;

$R_{35\text{℃}}$ ——试验温度 35℃ 再现性;

$R_{40\text{℃}}$ ——试验温度 40℃ 再现性。

表 1 典型针入度值对应的重复性和再现性

单位为十分之一毫米

针入度值	25 ℃		35 ℃		40 ℃	
	重复性	再现性	重复性	再现性	重复性	再现性
10	2	5	1	2	1	2
20	2	6	1	4	3	5
30	2	7	2	7	4	8
40	3	7	3	9	6	11
50	3	8	4	11	8	14
60	4	9	5	14	10	17
70	4	10	6	16	11	20
80	5	11	7	19	13	23
90	5	12	8	21	15	27
100	6	13	9	24	17	30
110	6	15	10	26	19	33
125	8	17	11	30	22	38
150	11	22	14	36	27	47
175	14	29	17	43	32	56
200	19	37	20	49	37	65

10.2 偏差

目前还没有可用于本方法偏差的参考物质,故本方法未给出偏差。

订单号: 0100211217097204 防伪编号: 2021-1217-1020-4646-2454 购买单位: 北京中培质联

参 考 文 献

- [1] GB/T 6683 石油产品试验方法精密度数据确定法
-

北京中培质联 专用

 版权声明

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 4985-2021
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100211217097204
防伪号: 2021-1217-1020-4646-2454
时 间: 2021-12-17
定 价: 21元



GB/T 4985-2021



码上扫一扫 正版服务到

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

石油蜡针入度测定法

GB/T 4985—2021

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2021年10月第一版

*

书号: 155066 · 1-68647

版权专有 侵权必究