

本方法适用于测定喷气燃料的冰点。

在测定条件下,试样出现结晶后,再使其升温,原来形成的烃类结晶消失的最低温度即为冰点。

注:本标准系参考ISO 3013—1974《航空燃料——冰点的测定》建立的。

1 方法概要

取25毫升试样倒入洁净干燥的双壁试管中,装好搅拌器及温度计,将双壁试管放入有冷却介质的保温瓶中,不断搅拌试样使其温度下降,直至试样中开始呈现为肉眼能看见的晶体,然后从冷剂中取出双壁试管,使试样慢慢地升温,并连续不断地搅拌试样,直至烃类结晶完全消失时的最低温度即为冰点。

2 仪器

2.1 双壁玻璃试管(见图1):在内外管之间的空间充满常压的干燥氮气或空气。管口用软木塞塞紧,将温度计和压盖插入软木塞内,搅拌器穿过压盖。

2.2 压盖:在低温试验时,为防止空气中湿气在样品管中冷凝,必须安装如图2所示压盖。压盖紧密地插入软木塞内,用脱脂棉填充黄铜管和搅拌器之间的空间(也可选用如图3或图4所示的防潮管)。

2.3 防潮管:如图3和图4所示。为防止湿气冷凝也可以使用这两种管子代替压盖。

2.4 搅拌器:是一个在下端平滑的弯成三圈螺旋的直径约为1.6毫米的黄铜棒。

2.5 不镀水银的广口保温瓶胆(见图1):其容积应足以容纳所需体积的冷却液,并能使双壁试管浸入规定的深度。

2.6 温度计:全浸式,符合下列规格。

温度范围 $-80 \sim +20^{\circ}\text{C}$;

浸入深度 全浸;

最小分度 0.5°C ;

每一个较长刻线 1 和 5°C ;

刻数字 每 5°C ;

刻度误差不超过 1°C ;

膨胀室允许加热到 45°C ;

全长 300 ± 10 毫米;

杆直径 $5.5 \sim 8.0$ 毫米;

球长度 $8 \sim 16$ 毫米;

球直径 不大于杆;

球形状 圆柱形;

刻度部分的长度 $170 \sim 210$ 毫米;

从球顶到 0°C 刻线的距离 最大220毫米;

顶部加工 平的或环形。

- 注：① 应该用染上红色耐久染料的甲苯或其他适合的液体作为膨胀液体。液体上面的填充物在压力下应是气体。
 ② 在 0℃、-40℃、-60℃、-75℃下校验温度计的准确度时，修正值应该加到试验读数上。

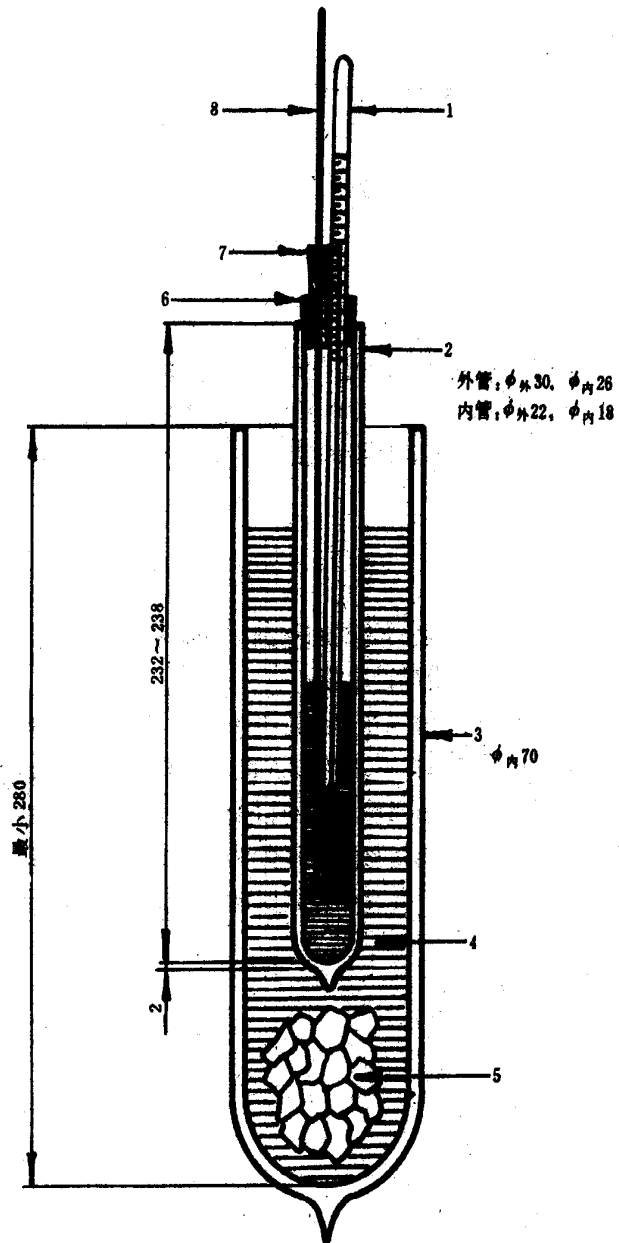


图 1 航空燃料冰点测定仪

- 1—温度计；2—双壁玻璃试管；3—不镀银或不镀水银的真空保温瓶；
 4—冷剂；5—干冰；6—软木塞；7—压帽；8—搅拌器

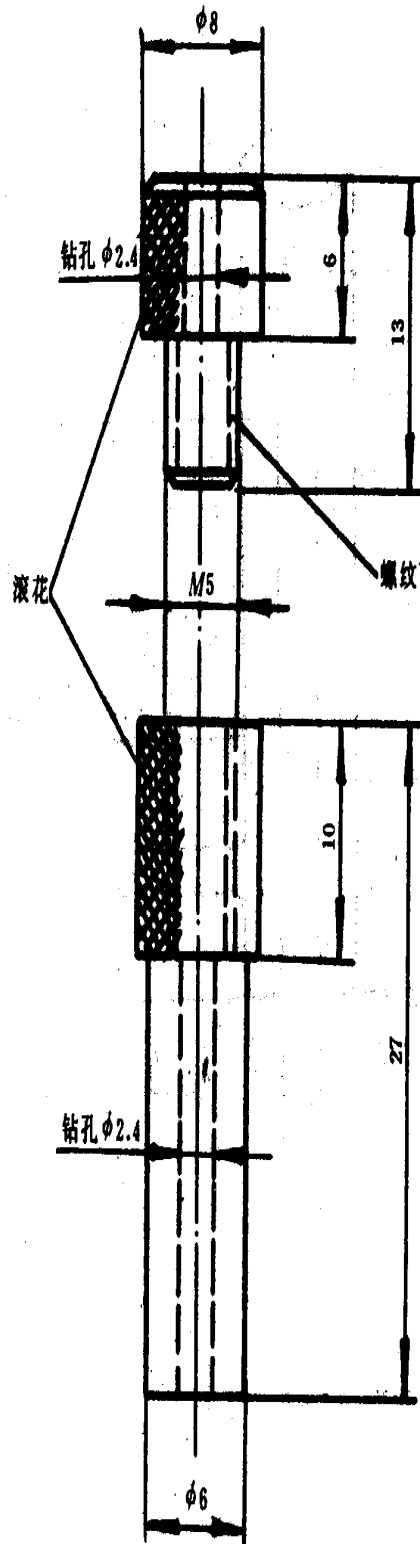


图 2 用于搅拌器的黄铜填充压帽

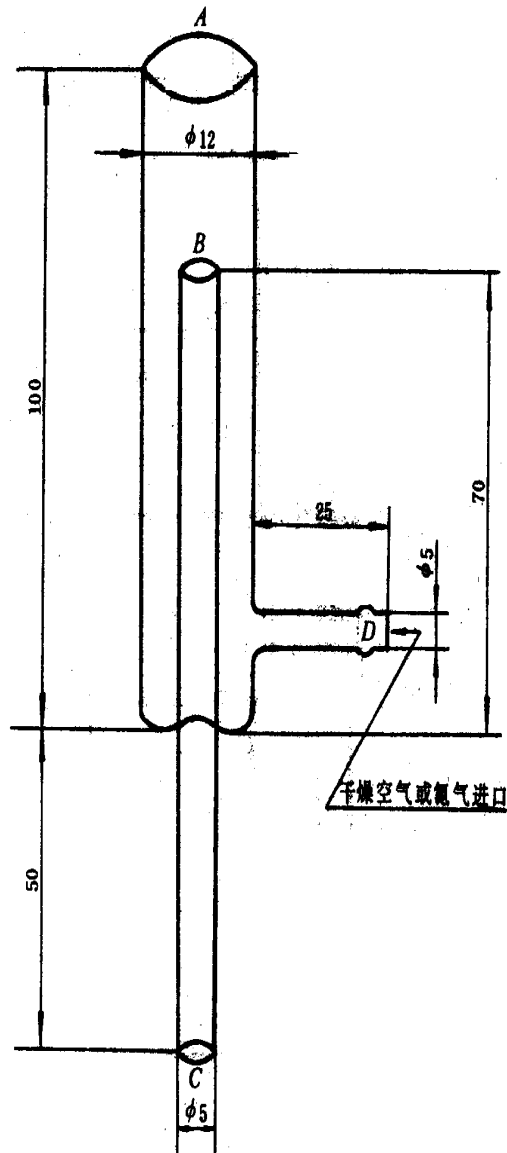


图 3 A型防潮管

注：这个硼硅玻璃防潮管从C端插入装有温度计的两孔软木塞中，然后将搅拌器通过管的B、C孔，并延伸到超过A。把这个部件加到冰点管上。在把冰点管放入冷浴之前，用干燥空气或氮气从D处进入从A处出去冲洗防潮管。空气通过串联的U形管被有效的干燥，一个U形管是用无水硫酸钙或硅胶脱水剂填充的；另一个是用涂有五氧化二磷的玻璃小球填充的。在整个测定期间，防潮管空气以此方式连续通过。通常使用干燥氮气更方便。

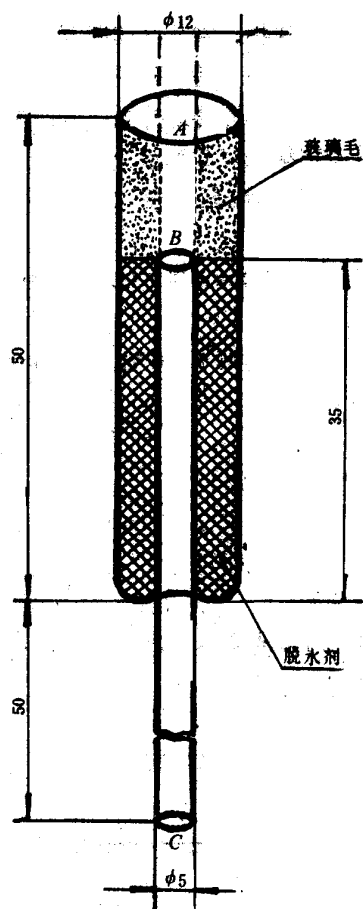


图4 B型防潮管

注：硼硅玻璃防潮管的下部直到BC上端距B点5毫米内，用无水硫酸钙或筛孔直径接近于1.7毫米的硅胶填充。装好搅拌器，在接合处，用同样干燥剂浸渍过的玻璃毛填充到A端。填充的玻璃毛每做三次或四次试验应更换。

3 试剂

- 3.1 无水硫酸钙或硅胶。
- 3.2 五氧化二磷：化学纯。
- 3.3 乙醇：工业用。
- 3.4 氮气。
- 3.5 干冰。

4 试验步骤

4.1 量取25毫升试样倒入清洁、干燥的双壁试管中。用带有搅拌器的软木塞紧紧地塞住双壁试管，并调节温度计位置，使温度计水银球位于试样的中心。向搅拌器内滴入1滴乙醇以润湿填充压盖，尽可能地使搅拌器平滑运动。

4.2 夹紧双壁试管，将其放入盛有冷却介质的保温瓶中（见注）。加干冰，在整个试验期间使保温瓶中冷剂液面高于试样液面。

注：可用干冰冷却液体（如丙酮或乙醇）作冷剂，也可以用液氮代替干冰冷却液体，或使用机械致冷装置。

4.3 除观察时，整个试验期间要连续不断地搅拌试样。在搅拌时，注意不要使搅拌器的圈露出燃料表面（见注①）。如果在 -10°C 左右出现云状物，并且继续降温时云状物不再严重，则是有水存在的缘故（见注②），可不必考虑。当试样中开始呈现为肉眼所能看见的晶体时，记录烃类结晶出现的温度作为结晶点。从冷剂中取出双壁试管，使试样慢慢地升温，同时连续不断地搅拌试样，记录烃类结晶完全消失的最低温度作为冰点。如果测定结晶点和冰点之差大于 3°C ，重复冷却和升温，直到其差值小于 3°C 为止。当报告烃类结晶完全消失的最低温度（即冰点）时，要加上所用温度计的修正值（见2.6中注②），要准确到 0.5°C 作为冰点。

注：① 如果已知燃料的预期冰点，在温度达到预期冰点的 10°C 以前，进行间断搅拌即可。但在此之后，必须连续搅拌，可以使用机械搅拌装置。

② 发现有碍烃类结晶的观测，如果是由于不溶解水的影响，则试样注入试管之前，应通过无水硫酸钠干燥。

5 精密度

用下列数值判断结果的可靠性（95%置信水平）。

5.1 重复性

同一操作者重复测定两次结果的差不应超过 0.7°C 。

5.2 再现性

两个实验室提出同一试样的两个测定结果的差不应超过 2.6°C 。

6 报告

取重复测定两次结果的算术平均值，作为本试样的测定结果。

附加说明：

本标准由中华人民共和国石油工业部提出。

本标准由石油化工科学研究院起草。