

冷冻机油絮凝点测定法

Refrigerator oils—Determination of floc point

1 主题内容与适用范围

本标准规定了冷冻机油与致冷剂混合，在封闭的情况下测定冷冻机油絮凝点的方法。
本标准适用于矿油类冷冻机油，也适用于合成油类冷冻机油。

2 引用标准

SH 0004 橡胶工业用溶剂油

3 方法概要

将1 mL试样和6 mL致冷剂在试验管里混合，互溶后放入絮凝点测定仪冷浴中，按一定速度逐渐降温冷却，在光照下观察，当其中开始有乳浊或絮凝现象出现时，记下此时的温度。出现这种现象时的最高温度作为该试样的絮凝点，以“℃”表示。

4 仪器与材料

4.1 仪器

- 4.1.1 试验管：见图1 a或图1 b，均由硼硅玻璃制成。
- 4.1.2 絮凝点测定仪：见图2。
- 4.1.3 注冷剂浴：见图3，容积约1.5L。
- 4.1.4 球型封闭盖帽：见图4，由硼硅玻璃制成。
- 4.1.5 固紧弹簧夹：见图5。
- 4.1.6 12号标准球型磨口连接头：见图6，由硼硅玻璃制成。
- 4.1.7 注射器：1，10mL。
- 4.1.8 不锈钢注射针：长型9号。
- 4.1.9 温度计：-70~50℃、-80~60℃和0~100℃，分度值均为1℃。
- 4.1.10 真空泵：真空度能达到10P a。
- 4.1.11 水浴。
- 4.1.12 减压器：0~25MP a，分压0~2.5MP a。
- 4.1.13 转换开关。
- 4.1.14 分流控制阀。
- 4.1.15 干燥塔：500mL。

4.2 材料

- 4.2.1 干冰。
- 4.2.2 变色硅胶。
- 4.2.3 溶剂油：符合SH 0004要求。

5 试剂

5.1 致冷剂： F_{12} 或其他致冷剂。

5.2 无水乙醇：化学纯。

6 准备工作

6.1 取两支试验管，用注射器分别注入1 mL 试样，然后将试验管放于沸水浴中，与装有转换开关的抽空干燥装置连接（对盖帽式试验管应用图6 接头连接，并以弹簧夹夹持），开启真空泵，在10~20 Pa 压力下抽空干燥0.5 h，以避免在试验降温冷却时出现冰结晶，造成在高于絮凝点温度时出现沉淀而导致测定误差。

6.2 将经过抽空干燥的两支试验管从水浴中取出稍冷后，放入已经降温到 $-70\sim-78\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的注冷剂浴中，转动转换开关使其与致冷剂加注系统连接相通，开启致冷剂钢瓶阀门，在约10 Pa 压力下加注致冷剂至试验管7 mL 标线处，关闭致冷剂钢瓶阀门，封闭试验管；对盖帽式试验管，迅速换上球型封闭盖帽，并以固紧弹簧夹紧固，取出摇动使试样与致冷剂互溶混匀；对熔封式试验管，应在低温下迅速进行熔封，并要注意安全，戴好防护眼罩和手套。

7 试验步骤

7.1 将装好试样和致冷剂的试验管放入絮凝点测定仪冷浴中，使试样和致冷剂的混合液面至少在冷浴液面以下50 mm 处。

7.2 开启搅拌系统，以洁净的干冰或其他冷却方式使冷浴降温，降温速度为 $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，直到在光照下观察到有沉淀析出，这时混合液发生乳色浑浊但能透光，读取并记录此时的温度（读取至 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ），该温度即为试样的絮凝点。

7.3 对用于蒸发温度低于 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的试样，则可以直接将试验管放入已冷却至 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的冷浴中。为了粗略地预测试样的絮凝点，也可以将试验管以 $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的降温速度降温。

8 精密度

按下述规定判断试验结果的可靠性（95%置信水平）。

重复性：同一操作者重复测定的两个结果之差不应大于 $2.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

9 报告

取重复测定的两个絮凝点结果的算术平均值作为测定结果。

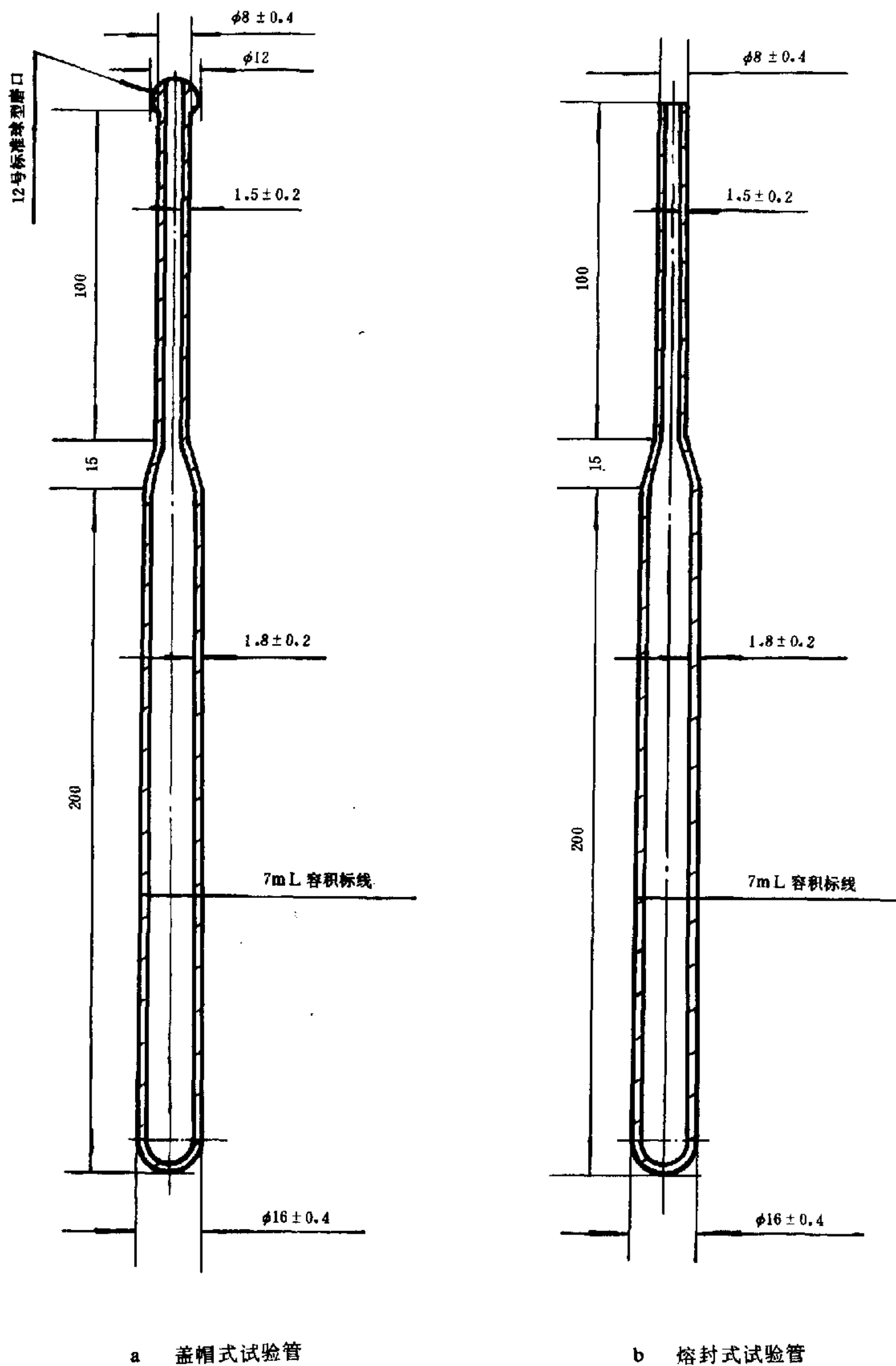


图 1 试验管

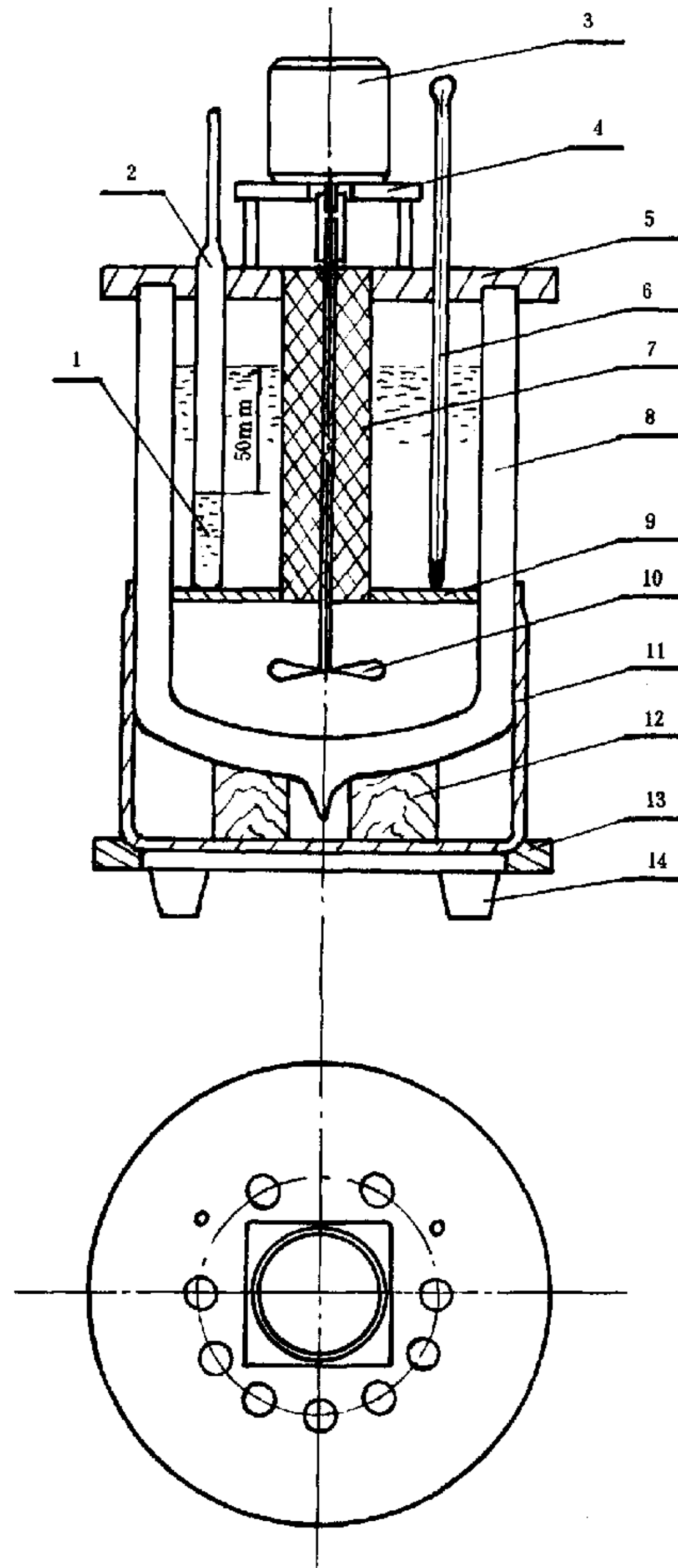


图 2 絮凝点测定仪

- 1—试液；2—试验管；3—搅拌马达；4—马达固定架；5—上盖体；
 6—温度计；7—孔型筒柱；8—杜瓦瓶；9—定位滤板；10—搅拌桨；
 11—固定套；12—支撑体；13—底座；14—底脚

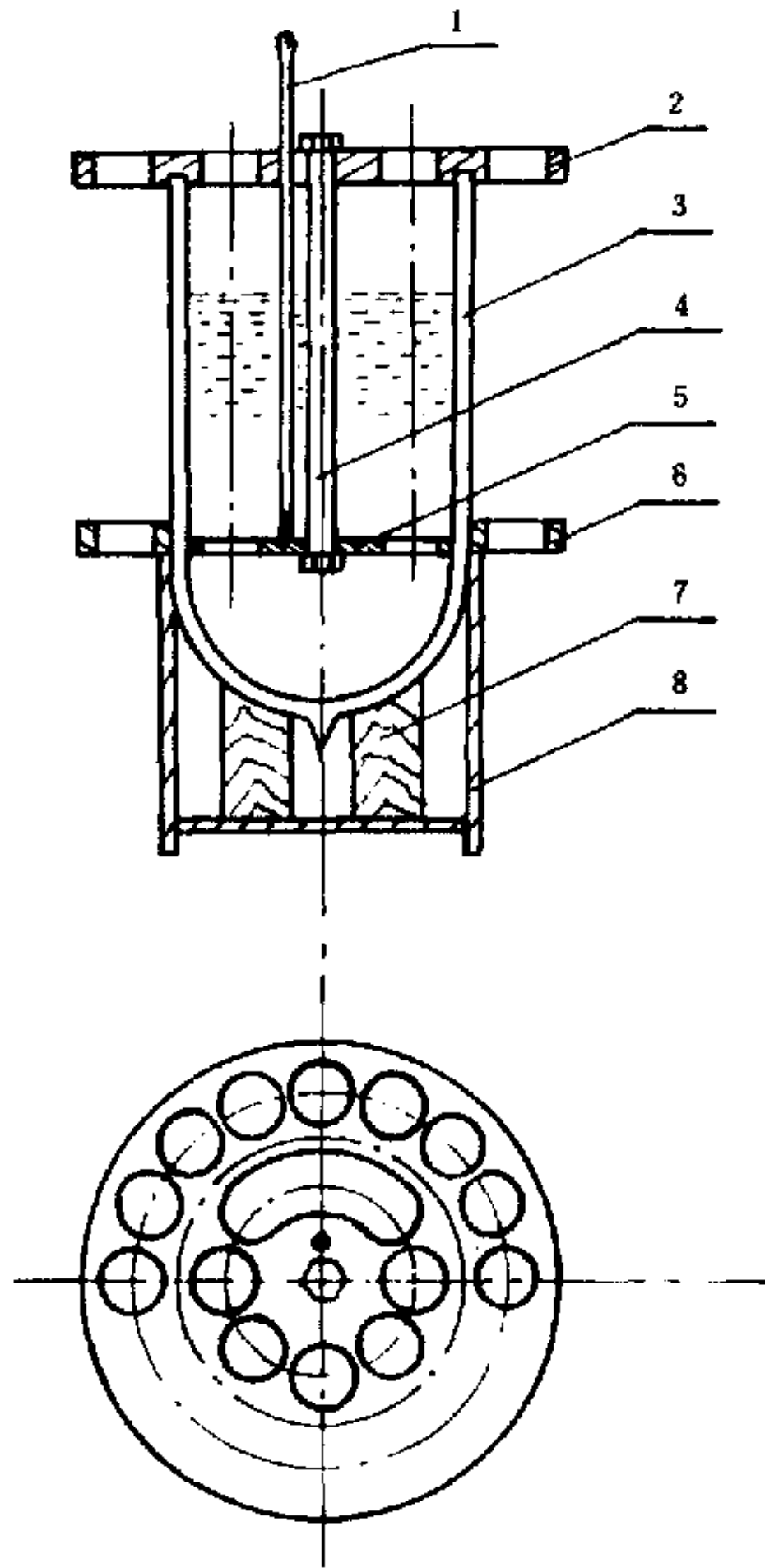


图 3 注冷剂浴

- 1—温度计；2—定位体；3—杜瓦瓶；
4—连杆；5—定位托板；6—固定夹套；
7—支撑体；8—底座

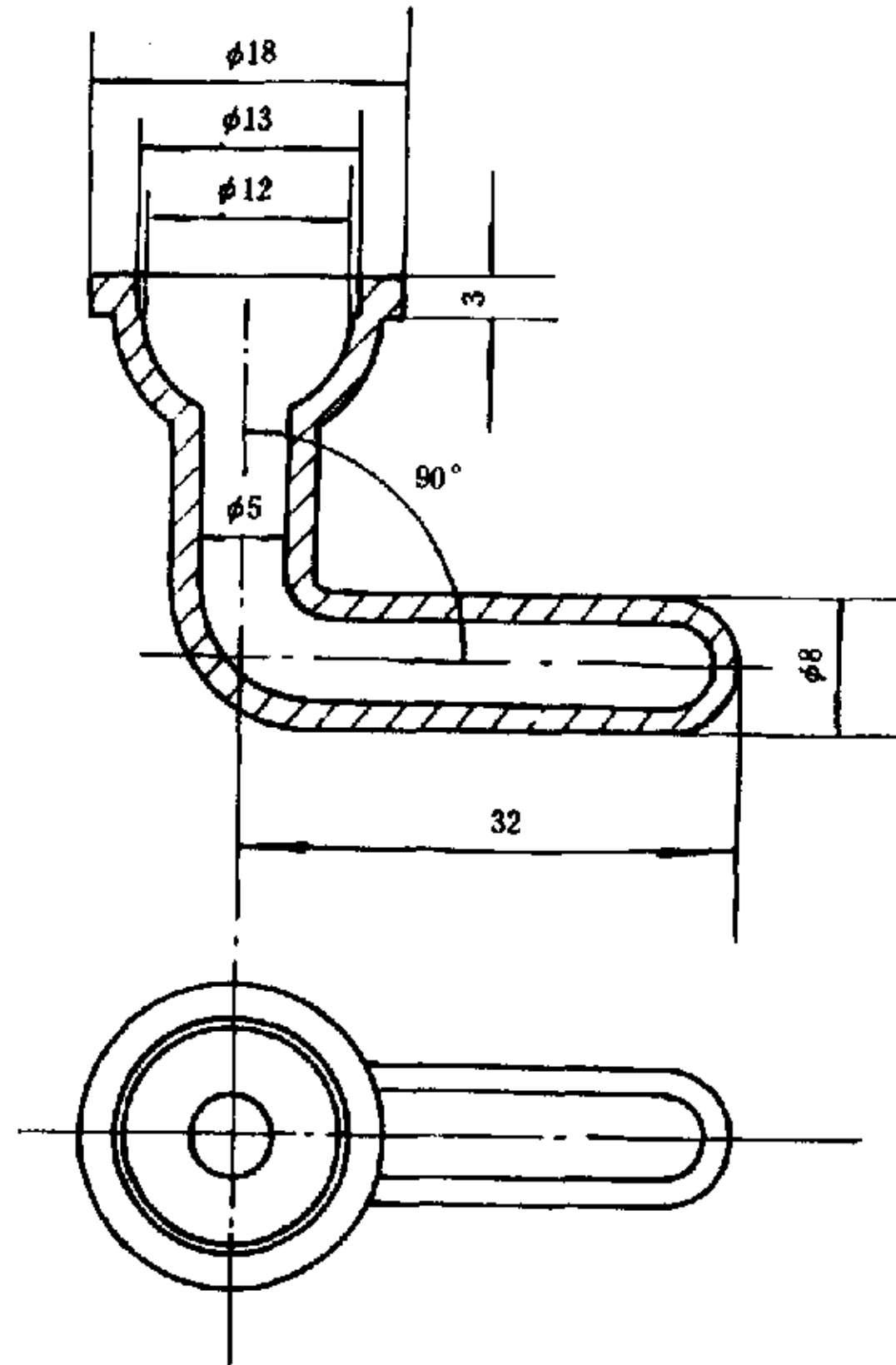


图 4 球型封闭盖帽

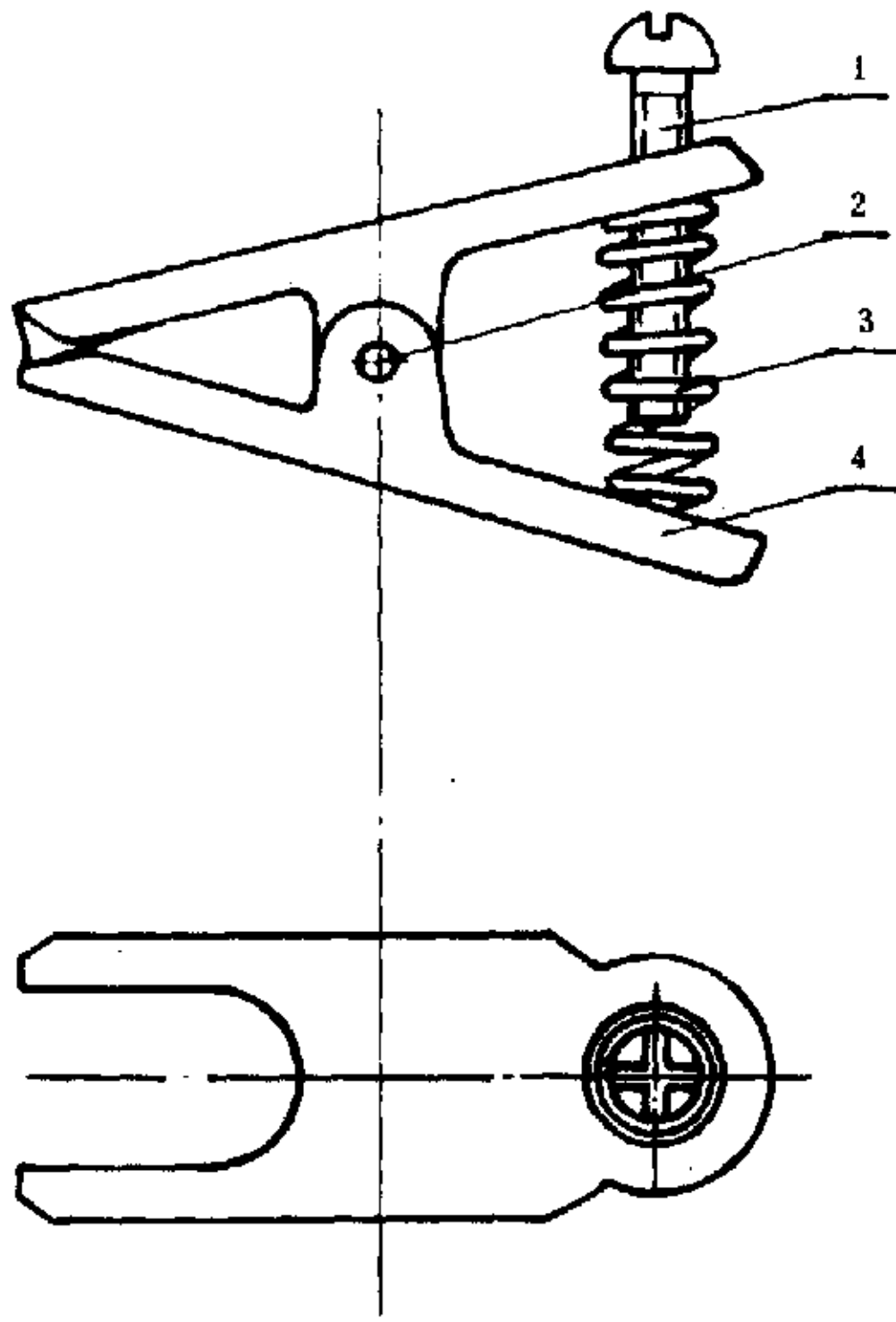


图 5 固紧弹簧夹

1—紧固螺栓；2—轴心；3—弹簧；4—夹体

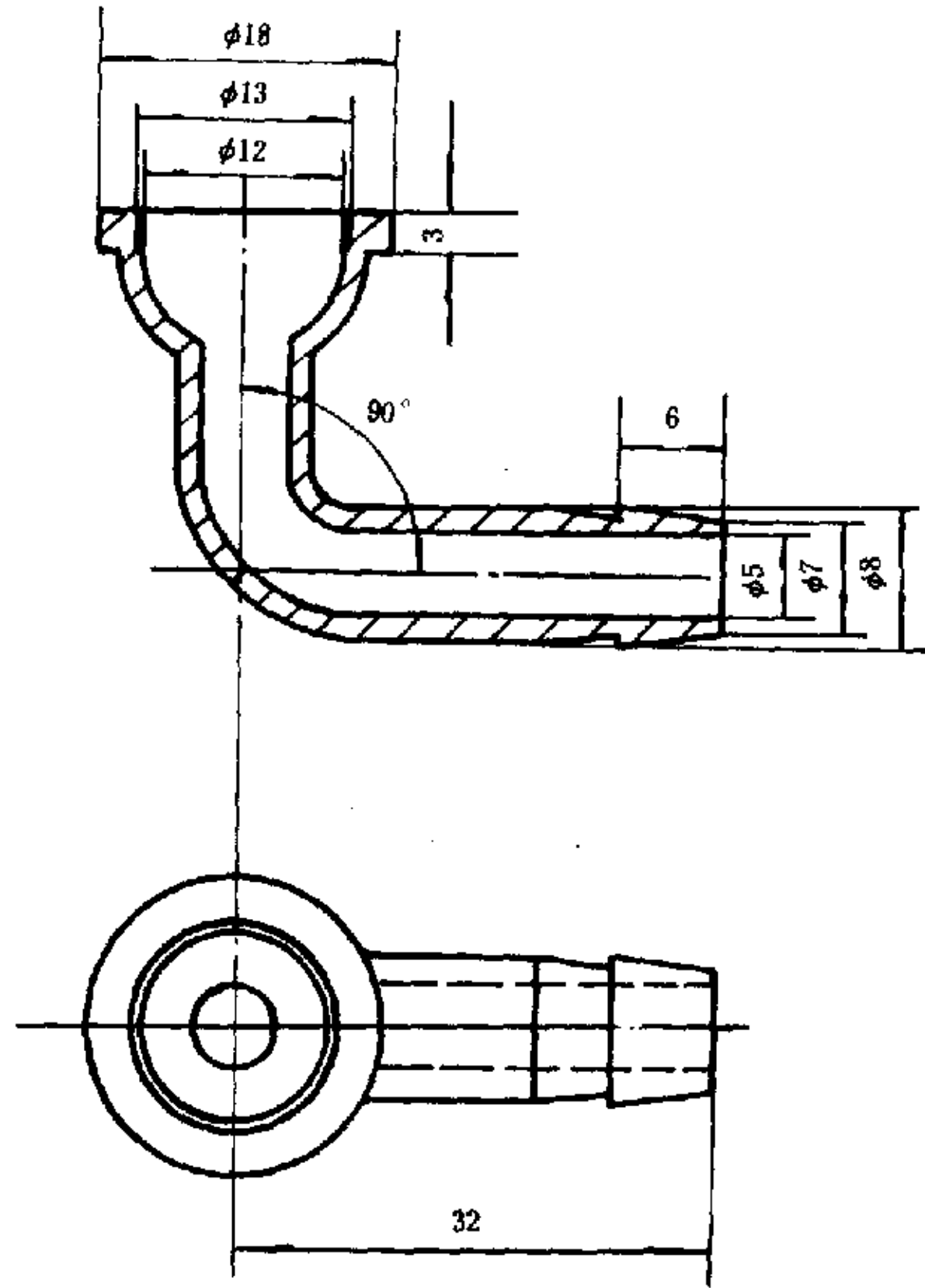


图 6 12号标准球型磨口接头

附加说明：

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由石油化工科学研究院负责起草。

本标准主要起草人何秀来。

本标准参照采用联邦德国国家标准DIN 51351-82《冷冻机油絮凝点测定法》。