

中华人民共和国国家标准

苯结晶点测定法

Benzene—Determination of crystallizing point

UDC 668.735.1
.065.5:543
.06
GB/T 3145—82
(2004年确认)

本方法适用于测定苯的结晶点。

1 方法概要

在规定的冷却条件下,当被测试样冷却到一定温度,在有固体析出后,温度复又回升,回升达到的最高温度即为结晶点。

2 仪器

- 2.1 小试管:长 125~127 毫米,外径 15~16 毫米。在从管底至高 52±1 毫米高度处刻一刻线(图 1)。
- 2.2 大试管:长 150~152 毫米,外径 25~27 毫米(图 2)。
- 2.3 温度计:刻度分度值 0.02℃(图 3)。
- 2.4 冷浴:容积 1000 毫升的烧杯,内盛碎冰做冷剂(或用其他容器,或用可控制冷设备,可调节控制温度在 0℃),其有效深度不小于 127 毫米。
- 2.5 搅拌器:用直径 1~2 毫米的不锈钢丝绕成螺旋形,环对轴成垂直状态,并使螺旋的环能在小试管内壁和温度计棒之间的环形空间内自由移动,搅拌时可用手工搅拌,也可以借助外部电磁铁的磁性搅拌器进行搅拌,每分钟搅拌约 60 次。

3 准备工作

- 3.1 在小试管口上安一软木塞,在软木塞中间打一个孔,将温度计插入孔中,在插温度计的孔旁再打一个小孔,将搅拌器杆穿过小孔中,并使其可上、下自由活动。
- 3.2 在大试管口上安一软木塞,软木塞中间打一与小试管相配的孔,将小试管插入孔中,直插至管口与软木塞上边缘齐平,并使两管中心线相重合。
- 3.3 在冷浴中装好碎冰(或制冷设备调节温度在 0℃)。

4 试验步骤

- 4.1 将混合均匀的试样倾入小试管中至刻线,用滴管加入蒸馏水 1 滴,剧烈摇动半分钟,把带有温度计和搅拌器的软木塞插入小试管,并调节温度计 4.0~4.4℃ 处的刻线与软木塞的上边缘齐平,温度计的水银球在试管的中心,温度计水银球的下边缘距小试管底约 8~10 毫米。
- 4.2 把装好试样和温度计的小试管直接插入预先装好碎冰(或已调节好在 0℃ 的制冷设备)的冷浴中,在不断搅拌下冷却小试管内的试样至 6℃ 时,立即从冷浴中取出,擦干小试管外壁上的水迹,迅速将其插入大试管中,再一并插入冷浴,继续冷却。
- 4.3 继续不断搅拌试样,注意观察温度读数待温度下降至一最低点,然后又升高至一最高点,并在最高点恒定不少于 30 秒,随后复又继续下降,记录最高点的恒定温度,此点温度即为含水试样结晶点。读取温度时,读至 0.01℃。

如最高点温度恒定少于 30 秒或最低点温度和最高点温度不明显时,须重新测定。

- 4.4 测定的试样是含水的苯,将测得的结果按下式补正,换算成不含水试样结晶点报出。

$$t = t_0 + \Delta t_1 + \Delta t_2 + 0.09 \dots\dots\dots (1)$$

式中： t ——不含水试样结晶点， $^{\circ}\text{C}$ ；

t_0 ——观察所得读数， $^{\circ}\text{C}$ ；

Δt_1 ——温度计本身校正值，按校正表进行补正， $^{\circ}\text{C}$ ；

Δt_2 ——汞柱外露部分的温度校正值， $^{\circ}\text{C}$ ；

0.09——含水试样换算为不含水试样的校正值， $^{\circ}\text{C}$ 。

$$\Delta t_2 = 0.00016H(t_0 - t_B) \dots\dots\dots (2)$$

式中： t_B ——由辅助温度计观察所得在软木塞以上汞柱中段附近的温度， $^{\circ}\text{C}$ ；

H ——温度计露出在软木塞外面部分的汞柱高度，以温度 $^{\circ}\text{C}$ 数表示。

注： Δt_2 小于 0.01°C 时可以不进行 Δt_2 的补正，或注明有必要修正时则进行补正。

5 精密度

用以下数值来判断结果的可靠性（95%置信水平）。

5.1 重复性：在同一实验室，由同一试验者，对同一试样，用本标准方法，重复测定两个结果间的差数不应大于 0.02°C 。

5.2 再现性：在不同实验室，由不同试验者，对同一试样，用本标准方法，进行测定两个结果间的差数不应大于 0.04°C 。

6 试验结果

取平行测定两个结果的算术平均值，作为测定结果。

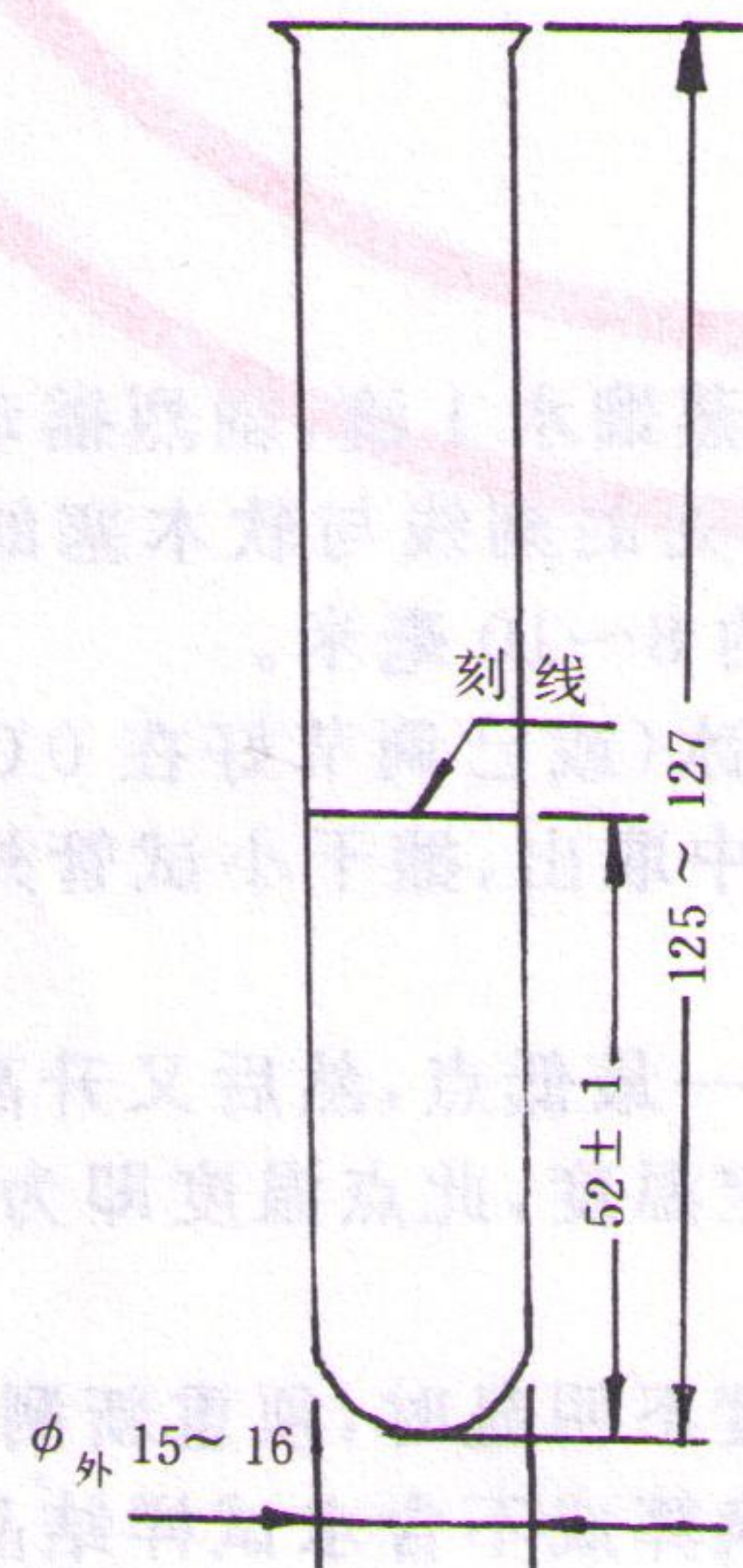


图 1 小试管

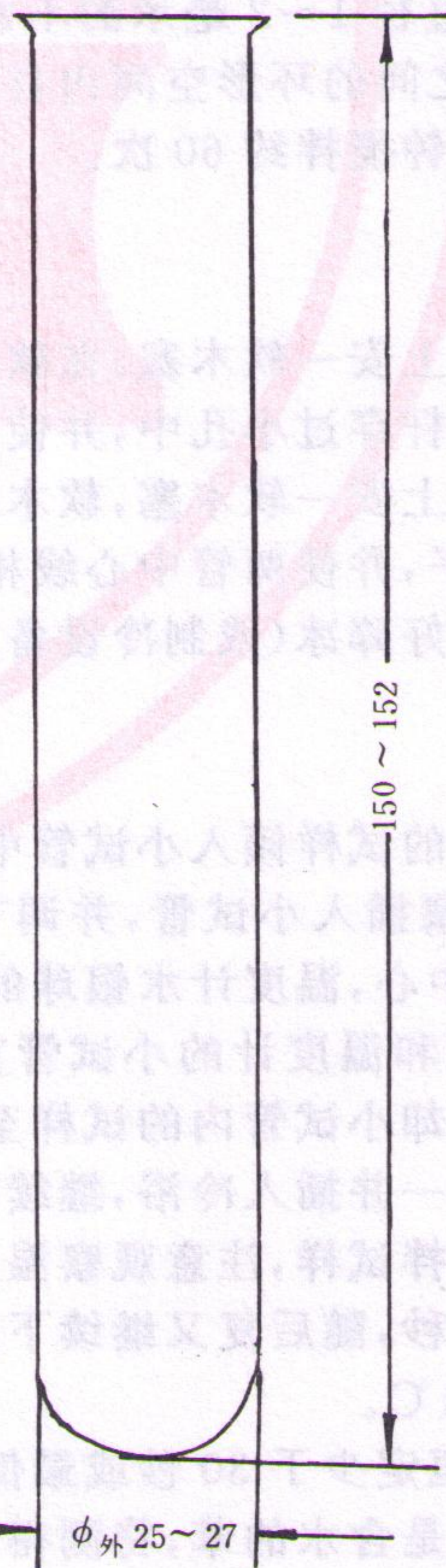
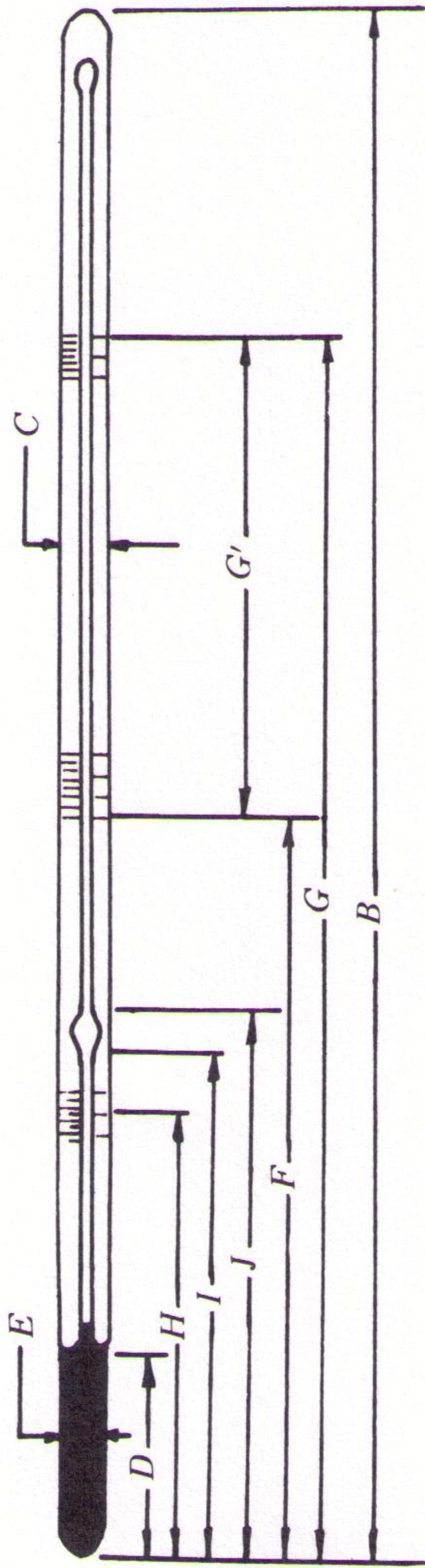


图 2 大试管



范围	4~6℃
试验位置	5.4℃
A—浸渍mm	全部
各种刻度表示值	
最细刻线表示(刻度分度值)	0.02℃
长线表示	0.1℃
数字表示	0.2℃
刻度值最大误差	0.04℃
扩展部分允许加热到	50℃
B—总长度	210~220mm
C—棒外径	6~7.5mm
D—水银球长度	25~35mm
E—水银球外径	6mm~不大于棒外径
刻度设置 球底部到线位置	4℃
F—距离	100~115mm
球底部到线位置	6℃
G'—刻度部分长度	
G—距离	160~175mm
冰点刻度范围	-0.2℃~+0.2℃
H—水银球底部到冰点距离	60~70mm
缩小部分:	
I—距离底部最小值(即<)	80mm
J—距离顶部最大值(即>)	90mm

图 3 温度计规格

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技术归口。

本标准由南京炼油厂负责起草。

本标准主要起草人刘民搏。

自本标准实施之日起,原石油部部标准SY 2504—73《石油苯结晶点测定法》作废。