



# 中华人民共和国石油化工行业标准

## 石油对二甲苯结晶点测定法

SH/T 1490—92

20002101

0.5m  
6.3  
6.4  
然后  
银球  
6.5  
6.6  
6.7  
后的

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了对二甲苯结晶点测定法。

本标准适用于测定高纯度对二甲苯的结晶点。测定精度为 0.01℃。

### 2 引用标准

GB 514 石油产品试验用液体温度计技术条件

ZB G 16015 高纯度烃类结晶点测定法

### 3 方法概要

经脱水的试样在规定的干燥、冷却条件下,用水银温度计测定其时间-温度结晶曲线,以几何作图法求得结晶点。

### 4 试剂

4.1 变色硅胶:干燥用。

4.2 空气或氮气:需经 5Å 分子筛干燥处理。

### 5 仪器

5.1 三套试管:内管长  $180 \pm 2$ mm,内径  $20 \pm 0.5$ mm,在距管底  $100 \pm 1$ mm 处刻一刻线(见附录 A)。

5.2 水银温度计:温度范围 12~14℃,刻度分度为 0.01℃(见附录 B)。

5.3 辅助温度计:温度范围 0~50℃,分刻度为 1℃。

5.4 冷浴:容积 1000mL 的保温瓶,内盛碎冰和水的混合物作为冷剂。

5.5 搅拌器:用直径 1~2mm 的不锈钢丝,在其下端绕成 4cm 长的螺旋形环,使环与轴保持垂直,并能在试管内壁与温度计之间的环形空间内上下自由移动。

5.6 锥形烧瓶:容积 100mL,具塞。

5.7 气体流量计:适用于空气或氮气,量程 0~100mL/min,可调节。

5.8 三角漏斗:直径 50mm。

5.9 秒表。

### 6 试验步骤

6.1 在三套试管口上配置一个软木塞,在软木塞中央打一个孔,以能插入水银温度计,在温度计孔的两侧再分别打两个小孔,以插入通气管道和搅拌器杆。

6.2 将干燥清洁的锥形烧瓶用试样洗涤两次,加入 50mL 试样,再加 5g 变色硅胶,盖上瓶塞,充分摇动

0.5min, 静止 5min, 进行样品脱水。

6.3 用已脱水试样洗涤试验中将与试样接触的各部件。

6.4 将搅拌器、软木塞和通气管安装于三套试管上, 以 10mL/min 的流量通入干燥空气或氮气约 5min。然后再通过装有变色硅胶的漏斗从中央孔加入试样至三套试管的内管刻度线, 并插入温度计, 温度计的水银球应位于试样中心。

6.5 将三套试管浸入冷浴中, 试样液面应低于冷浴液面 5~10mm。

6.6 均匀地以每秒 1~2 次的搅拌速度使试样温度下降。冷却速度应保持在  $0.6 \pm 0.1^\circ\text{C}/\text{min}$ 。

6.7 每隔 1min 读取温度值, 在结晶曲线冷却段读至  $0.1^\circ\text{C}$ ; 在温度下降至最低点, 然后又升高至最高点后的曲线平衡段应至少读至  $0.005^\circ\text{C}$  (可用放大镜读取), 并持续 10min。

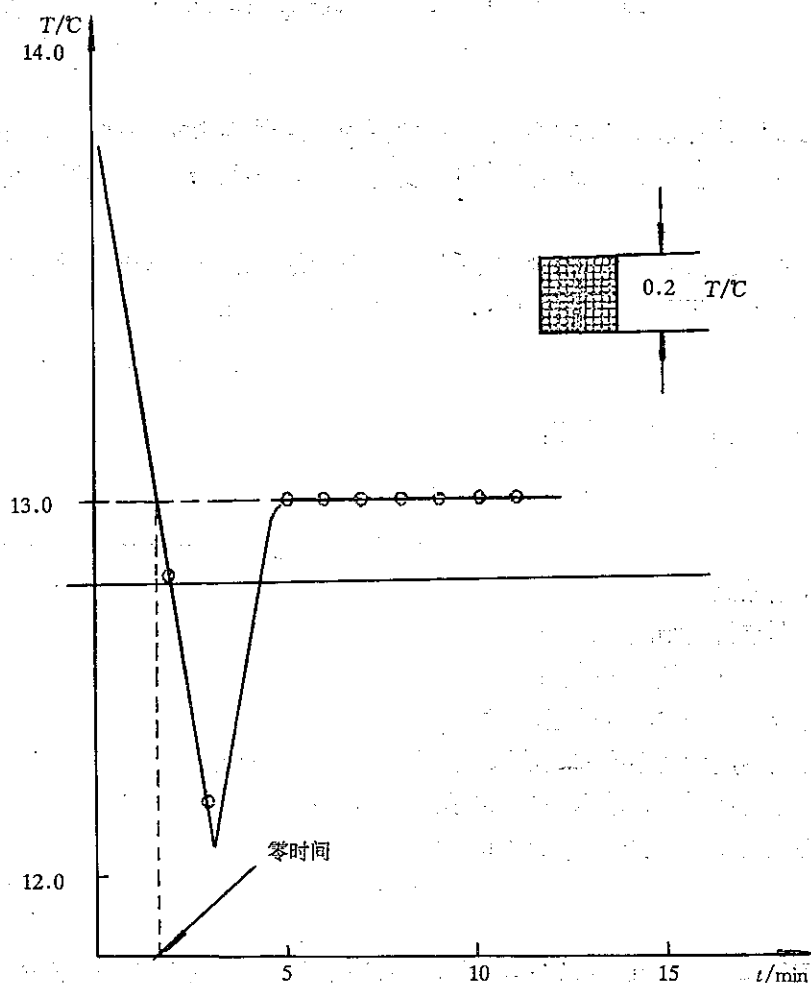


图 1 在时间-温度结晶曲线上求取零时间