

中华人民共和国国家标准

GB 3146—82

GB 3146—82

苯类产品馏程测定法

Benzene hydrocarbon products—determination
of distillation range

中华人民共和国
国家标准
苯类产品馏程测定法
GB 3146—82

*

中国标准出版社出版
(北京复外三里河)

中国标准出版社印刷车间印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 17,000

1983年8月第一版 1983年8月第一次印刷

印数 1—6,000

*

书号: 15169·1-1811 定价 10.00 元

*

科技新书目

56—223

1982-07-20 发布

1983-03-01 实施



GB 3146-1982

国家标准局 批准

计算公式中，石油苯初馏点的温度系数 K_i ，即为该曲线的斜率， T_0 即为该曲线的截距。

$$K_i = \frac{79.84 - 79.70}{10 - 20} = -0.014^\circ\text{C}/\text{厘米}$$

$$T_0 = 79.98^\circ\text{C}$$

依照同样的方法可以绘制苯的终馏点和甲苯初馏点及终馏点的工作曲线，并求出计算公式中的 T_0 和 K_i 值。

例2 石油混合二甲苯的工作曲线的绘制和计算公式中 T_0 的计算。

石油混合二甲苯中的甲苯和重芳烃影响馏程的温度系数可用例1的方法求出。但石油混合二甲苯含有乙苯、对二甲苯、间二甲苯和邻二甲苯四种组分。因此必须考虑各种组分含量对 T_0 值的影响。

a. 石油混合二甲苯各种组分含量的测定

色谱仪操作条件与11.1条基本相同，用面积归一化法测定乙苯和邻二甲苯的含量。

b. 石油混合二甲苯计算公式中 T_0 值的计算

初馏点时 $T_0 = T_{乙} + K_{初}(X - 20) \dots\dots\dots (A1)$

式中： $T_{乙}$ ——由试样中乙苯含量查工作曲线得出， $^\circ\text{C}$ ；

X ——试样中邻二甲苯的百分含量；

$K_{初}$ ——经验常数 0.055°C （邻二甲苯含量改变1%时，对初馏点温度影响值）。

终馏点时 $T_0 = T_{邻} + K_{终}(X - 20) \dots\dots\dots (A2)$

式中： $T_{邻}$ ——由试样中邻二甲苯含量查工作曲线得出， $^\circ\text{C}$ ；

X ——试样中乙苯含量；

$K_{终}$ ——经验常数 -0.015°C （乙苯含量改变1%时，对终馏点温度影响值）。

c. 石油混合二甲苯工作曲线的绘制

用吸量管将乙苯或邻二甲苯在500毫升容量瓶中与石油混合二甲苯配制成一定体积百分比的标样，分别用本标准的蒸馏法测定初馏点和终馏点，色谱法测定乙苯和邻二甲苯的含量整理的结果见表A3。

表A3

乙苯含量影响初馏点数据			邻二甲苯含量影响终馏点数据		
乙苯, %	邻二甲苯, %	初馏点, $^\circ\text{C}$	邻二甲苯, %	乙苯, %	终馏点, $^\circ\text{C}$
21.1	20	139.16	20.1	20	140.67
24.6	20	139.04	27.6	20	141.06
29.1	20	138.93	38.2	20	141.65
33.1	20	138.86			

以蒸馏法测得的初馏点或终馏点的温度值为横坐标，色谱法测得的含量为纵坐标，作工作曲线图A2。

苯类产品馏程测定法

Benzene hydrocarbon products—determination
of distillation range

本标准包括蒸馏法和色谱法。

蒸馏法

本方法适用于测定苯类产品的馏程。

1 仪器

1.1 蒸馏瓶：硬质玻璃制成，容积150毫升，瓶颈为 $\phi 24/29$ 的标准磨口，如图1。

1.2 单球分馏管：管的下部为标准磨口，如图2。

1.3 冷凝管：外管长 450 ± 5 毫米，外径 50 ± 2 毫米，内管长 800 ± 2 毫米，内径 15 ± 0.5 毫米，壁厚 $1.0 \sim 1.5$ 毫米，内、外管用塞子连接或焊接。

1.4 牛角管：如图3。

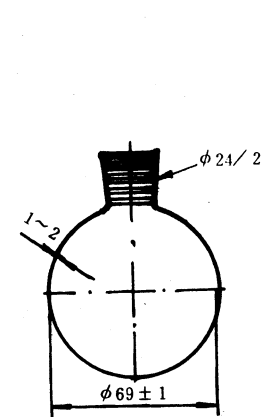


图1

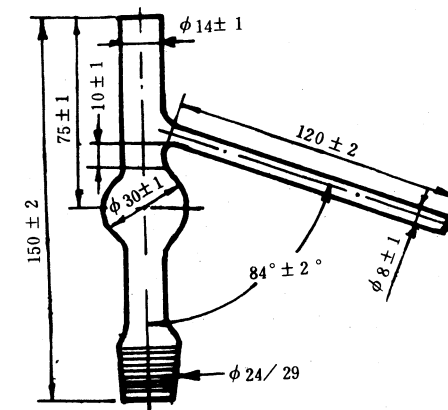


图2

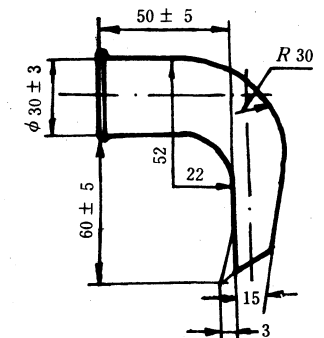


图3

1.5 异径量筒：容积100毫升，上部90~100毫升处细径部分，刻度分度为0.2毫升。在95毫升、96毫升、100毫升处应进行校正。

1.6 灯罩：圆筒形铁皮制，有小门为放入煤气灯之用，顶和近底沿周各有6孔，为空气、废气进出口，罩顶焊有圆圈，其内径为 50 ± 1 毫米，各部尺寸如图4。

1.7 石棉环：孔径 50 ± 1 毫米，厚3毫米。

1.8 水银温度计：棒状，苯用 $70 \sim 90^\circ\text{C}$ ；甲苯用 $100 \sim 120^\circ\text{C}$ ；二甲苯用 $125 \sim 150^\circ\text{C}$ ；分度均为 0.1°C 。辅助球上端至水银球下端的距离不大于45毫米，直径 $6.0 \sim 6.5$ 毫米，全长 300 ± 10 毫米，刻度下长不少于80毫米。水银球外径不大于上部外径，其长 $14 \sim 16$ 毫米。

注：冶金系统可采用辅助球上端至水银球下端的距离不大于33毫米的温度计。

1.9 喷灯或电炉。

2 试剂

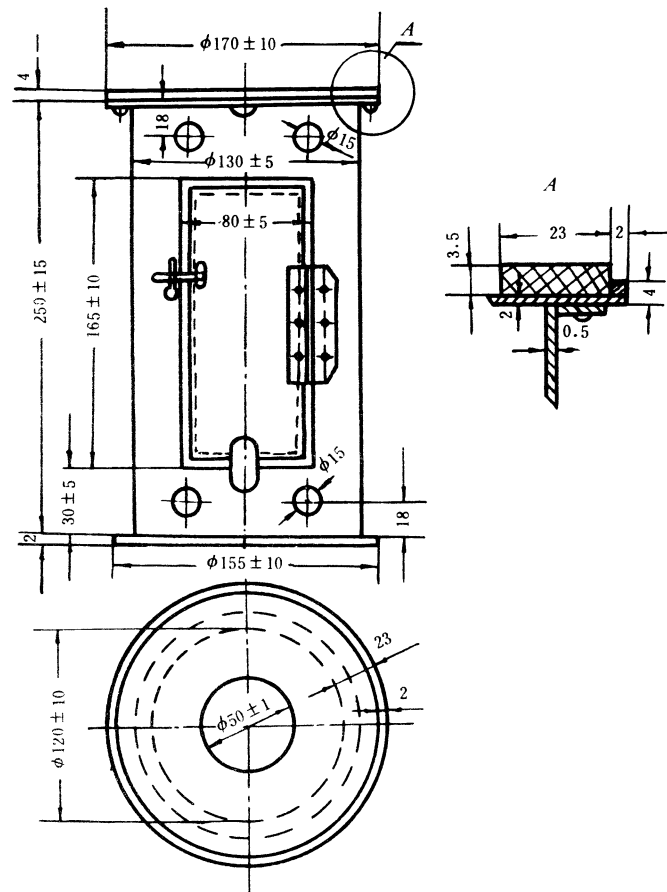


图 4

氢氧化钾、氢氧化钠或无水氯化钙，均为化学纯试剂。

3 准备工作

3.1 试样以固体氢氧化钾（或氢氧化钠）脱水不少于 5 分钟或以颗粒无水氯化钙脱水不少于 20 分钟，用洁净、干燥的异径量筒准确量取试样 100 毫升，注入蒸馏瓶中。异径量筒中的试样体积，按凹液面的下边缘计算，观察时要保持视线与液面在同一水平面上。注入蒸馏瓶时试样温度应保持 $20 \pm 3^\circ\text{C}$ 。

3.2 量取过试样的异径量筒不必进行干燥，即可做接受器。把蒸馏瓶装上单球分馏管，并用软木塞将温度计插入单球分馏管内，使水银球的中心与单球分馏管球部中心相重合。单球分馏管的支管用软木塞与水冷凝管的内管相连接，支管的一半插入冷凝管内。

3.3 把石棉环放在灯罩上，蒸馏瓶放在环上，冷凝管固定于铁架上，冷凝管的末端与入口的落差为 100 毫米（即冷凝管的末端低于单球分馏管支管出口处 100 毫米），并借助软木塞与牛角管连接，插至牛角管的弯部，牛角管下放置异径量筒，管的尖端插入异径量筒内的深度不应少于 25 毫米，并应保持在标线以上，牛角管尖端须与异径量筒壁接触，全部装置如图 5。

附录 A (参考件)

计算公式中的 T_0 和 K_1 是用本标准的蒸馏法测定标定样的馏程，利用色谱法测定标定样的杂质峰高，绘制成工作曲线而测定的。

苯类产品中影响馏程的主要杂质。

表 A 1

产 品	影响初馏点的主要杂质	影响终馏点的主要杂质
苯	C ₆ 非芳烃（正己烷、3-甲基戊烷等）	甲 苯
甲 苯	苯	C ₈ 芳烃
石油混合二甲苯	甲苯、乙基苯	C ₉ 芳烃、邻二甲苯

例 1 石油苯的初馏点工作曲线的绘制与计算公式中的 T_0 和 K_1 值的测定。

a. 色谱仪操作条件同 11.1 条。

b. 实验测定：用 1 毫升的吸量管将影响石油苯初馏点的非芳烃（正己烷、环戊烷、甲基环戊烷）在 500 毫升的容量瓶中与石油苯分别配制体积百分比约为 0.25% 和 0.50% 的标定样，分别用本标准的蒸馏法和色谱法测定，结果见表 A 2。

表 A 2

标 定 样	石 油 苯	约含 0.25% 非芳烃	约含 0.50% 非芳烃
初馏点峰高之和，厘米	9.7	17.0	25.4
蒸馏法初馏点， $^\circ\text{C}$	79.84	79.74	79.62

以本标准的蒸馏法测得初馏点的温度值为纵坐标，色谱法测得的初馏点峰高之和为横坐标，作工作曲线图 A 1。

为了简化，该例中三种非芳烃组分（正己烷、环戊烷、甲基环戊烷）一同加入，因其温度系数相近，所以用峰高之和作图，否则需用各组分的峰高分别作图。

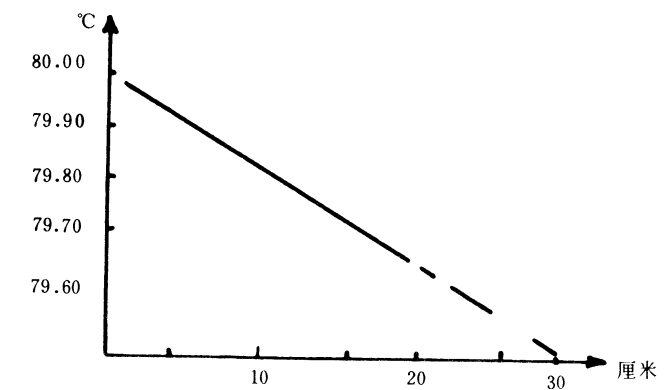


图 A 1