



中华人民共和国国家标准

GB 3145—82

苯 结 晶 点 测 定 法

Benzene—Determination of crystallizing point

1982—07—20 发布

1983—03—01 实施

国 家 标 准 局 批 准

苯结晶点测定法

Benzene—Determination of crystallizing point

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 $0.02\text{ }^{\circ}\text{C}$ (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 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$)，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，也可以藉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 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$)。

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 $4.0\sim 4.4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $6\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $0.01\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

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。

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