

石油产品苯胺点测定法

GB/T 262—88

Petroleum products—Determination
of aniline point

代替 GB 262—77

本标准参照采用国际标准ISO 2977—1974《石油产品和烃类溶剂苯胺点和混合苯胺点测定法》中方法1。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定石油产品苯胺点的方法。

本标准提供两种试验装置测定苯胺点。第一种装置适用于浅色石油产品；第二种装置适用于深色石油产品。

2 引用标准

GB/T 514 石油产品试验用液体温度计技术条件

GB 691 化学试剂 苯胺

3 定义

石油产品与等体积的苯胺在互相溶解成为单一液相所需的最低温度，称为苯胺点。

4 方法概要

将规定体积的苯胺和试样置于试管（或U形管）中，并用机械搅拌使其混合。混合物以控制的速度加热直至两相完全混合。然后将混合物在控制速度下冷却，当两相分离时，记录的温度即为苯胺点。

5 仪器

5.1 第一种试验装置包括下列的仪器：

5.1.1 试管：直径 25 ± 1 mm，长度 150 ± 3 mm。

5.1.2 金属搅拌丝：下端绕成环形，供搅拌试管中的混合物使用。

5.1.3 玻璃套管：直径 40 ± 2 mm，长度 150 ± 3 mm。

5.2 第二种试验装置包括下列的仪器：

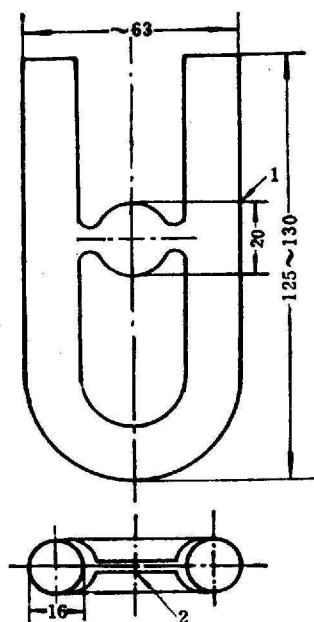


图 1

1—容量 22.5~23.0 mL;
2—内部宽度 1~2 mm

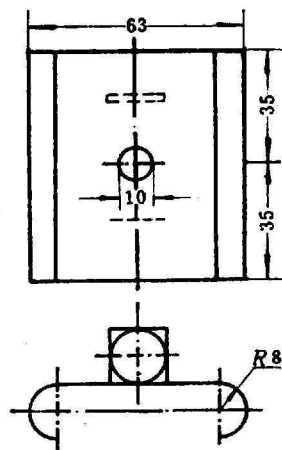


图 2

5.2.1 U形管: 在两臂之间设有扁圆形的连通管, 要按图 1 的规格用耐热玻璃制造。

5.2.2 玻璃搅拌棒: 下部制成螺旋形。这搅拌棒要安装在 U 形管的一边管臂中, 利用转速可变的传动装置带动, 使这边管臂的液体向下流动。

5.2.3 金属罩: 供套着 U 形管使用。罩上设有焊着一条垂直金属丝的孔口, 要能够对准扁圆形连通管的中央。罩后设有试管套和试管座, 以便安装照明用的小灯泡。这件金属罩要按图 2 的规格制造。

5.2.4 6 V 小灯泡: 要吊在长度约 150 mm 的试管中, 以便利用这试管插在金属罩背面的试管座上。灯泡的灯丝部分要对正金属罩的孔口中央。

5.3 油浴: 可以用 600 mL 的高型烧杯装贮无色的油或甘油, 浴中贮油量要足够使试管或 U 形管装着混合物的部分完全浸在油中。杯口需要装设一块薄的隔热板, 板上设有安放试管或 U 形管和油浴搅拌器的孔口。

5.4 油浴搅拌器: 用金属丝制造, 下端绕成环形, 其直径略小于油浴烧杯的内径。

5.5 温度计: 符合 GB/T 514 中熔点用温度计要求。

5.6 吸量管: 5 和 10 mL, 都配用橡皮球; 或用滴定管代替。

5.7 支架: 带支持夹。

6 试剂

6.1 苯胺: 分析纯, 符合 GB 691 要求。试验苯胺测出正庚烷的苯胺点应为 $69.3 \pm 0.2^\circ\text{C}$ 。如果试验苯胺达不到此要求, 则按 7.1 进行精制, 直到用来测定正庚烷的苯胺点为 $69.3 \pm 0.2^\circ\text{C}$ 为止。

注: 由于苯胺有剧毒, 请注意防护。

6.2 工业用硫酸钠: 要经过煅烧, 并放入干燥器中冷却。

6.3 氢氧化钾或氢氧化钠: 化学纯。

6.4 正庚烷: 分析纯。

7 准备工作

7.1 苯胺不符合试验要求时,要依照下列手续进行精制:先在苯胺中加入适量的固体氢氧化钾或氢氧化钠脱水。过滤后,用滤出的苯胺进行蒸馏,只收集馏出10~90%的馏分。这段馏分要装贮在暗色的瓶子里,并加入固体氢氧化钾或氢氧化钠,以防苯胺受潮。使用时,利用倾注法取出澄清的苯胺。

7.2 试样中有水时,试验前应进行脱水。

8 试验步骤

8.1 使用第一种试验装置时,用两支吸量管分别将苯胺5 mL和试样5 mL,注入清洁、干燥的试管中。然后用软木塞将温度计和搅拌丝安装在这支试管内。温度计的水银球中部要放在苯胺层与试样层的分界线处。搅拌丝的上端要穿出软木塞的预备小孔,其下端的环要浸到苯胺层。

用软木塞将试管固定在玻璃套管中央。把玻璃套管浸入油浴60~70 mm。套管的上部用支持夹固定在支架上。加热油浴时,经常搅拌试管中的混合物和油浴。

8.2 使用第二种试验装置时,用两支吸量管分别将苯胺10 mL和试样10 mL,注入清洁、干燥的U形管中。这U形管要套上金属罩,使罩上的孔口对准扁圆形连通管中央。

在U形管的一边管臂中插入清洁、干燥的玻璃搅拌棒之后,U形管的下部要浸在油浴中,U形管的上部用支持夹固定在支架上。玻璃搅拌棒要与传动装置连接,而且要使螺旋形部分的顶端与扁圆形连通管焊接处的下边缘相平。在U形管的另一边管臂中用软木塞安装温度计,水银球的中部要放在苯胺层与试样层的分界线处。

在金属罩背面安装好小灯泡之后,加热油浴,经常搅拌U形管中的混合物和油浴。

8.3 混合物的温度达到预期苯胺点前3~4℃时,控制温度慢慢地上升,并不断搅拌混合物。到了混合物呈现透明,就将试管从油浴中提起,搅拌、冷却,混合物的冷却速度每分钟不超过1℃。

苯胺与试样的透明溶液开始呈现浑浊时,这就是试管中的水银球或扁圆形连通管背后的金属丝(应预先使小灯泡发光)刚刚模糊不清的一瞬间,立即记录混合物的温度,作为试样的苯胺点测定结果,要准确到0.1℃。

9 精密度

重复性:同一操作者,对浅色石油产品,重复测定两个结果之差不应大于0.2℃;对深色石油产品,重复测定两个结果之差不应大于0.4℃。

10 报告

取重复测定两个结果的算术平均值,作为试样的苯胺点。

附加说明:

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。

本标准首次发布于1964年4月。