



中华人民共和国国家标准

GB/T 9283—2008
代替 GB/T 9283—1988

涂料用溶剂馏程的测定

Solvent for coating—
Determination of distillation range

2008-05-12 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准等同采用 DIN 53171:1991《涂料用溶剂馏程的测定》(德文版)。

为便于使用,本标准作了下列编辑性修改:

- a) 将 DIN 53171:1991 引用的标准及其他文件分解成两部分,直接引用的部分组合成本标准的规范性引用文件,间接引用的部分组合成参考文献附在本标准最后;
- b) 将 DIN 53171:1991 的第 3 章作为本标准第 3 章的注解部分;
- c) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- d) 原文中表 3 改成规范性附录 A。

本标准代替 GB/T 9283—1988《涂料用有机溶剂沸程的测定》。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会(SAC/TC 5)提出并归口。

本标准起草单位:广东出入境检验检疫局、海洋化工研究院、中国化工建设总公司常州涂料化工研究院、中化化工标准化研究所。

本标准主要起草人:周明辉、翟翠萍、梅建、刘莹峰、陈强、陈谷峰、莫蔓、郑建国、钱叶苗。

本标准首次发布。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

GB/T 9283—1988。

涂料用溶剂馏程的测定

1 范围

本标准规定了涂料用溶剂馏程测定的原理、仪器设备、试验步骤、结果计算和精密度。

本标准适用于涂料用溶剂馏程的测定。本标准也适用于溶液稀释剂与混合剂馏程的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款,通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

ISO 918:1983 用于技术领域的挥发性有机液体馏程的测定 一般性方法

ASTM D1078:1986 挥发性有机液体馏程检测方法

ASTM E1:1980 温度计的要求

DIN 12785 玻璃实验室设备 特殊用途的实验室温度计

DIN 12895 金属实验室设备 第1部分:固定或可旋转的三脚架套筒、双头接合套筒

DIN 51633 苯系物要求

DIN V 53242 第1部分 涂料用原料取样 概念 一般性规定

DIN 53242 第2部分 涂料用原料取样 液体

DIN 55945 涂层材料(涂料以及类似的材料) 概念

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

沸点 boiling point

直接显示的蒸发温度。

注:校正内容参见第9章。

3.2

初馏点 initial boiling point

第一滴蒸馏液落入容器时的沸点温度。

3.3

终馏点 final boiling point

按照规定对溶剂进行加热后的最高沸点温度。通常活塞顶部残余的液体全部蒸发后即可达到此温度(干点)。

注:终馏点也可能是下列情况下的温度:第一次出现分解的典型征兆,比如活塞上出现雾化现象和/或出现温度起伏(分解开始)等等。

3.4

馏程 distillation range

初馏点与终馏点之间的温度差。

3.5

馏出液收集量 distillate collection

量筒所收集的液体量,以体积分数(%)表示。

3.6

蒸馏残留物量 distillation residue

蒸馏完成后,蒸馏瓶冷却后残留物质的量,以体积分数(%)表示。

注:温度单位:摄氏度(℃)。

数量单位:体积分数(%),或者毫升(mL)。

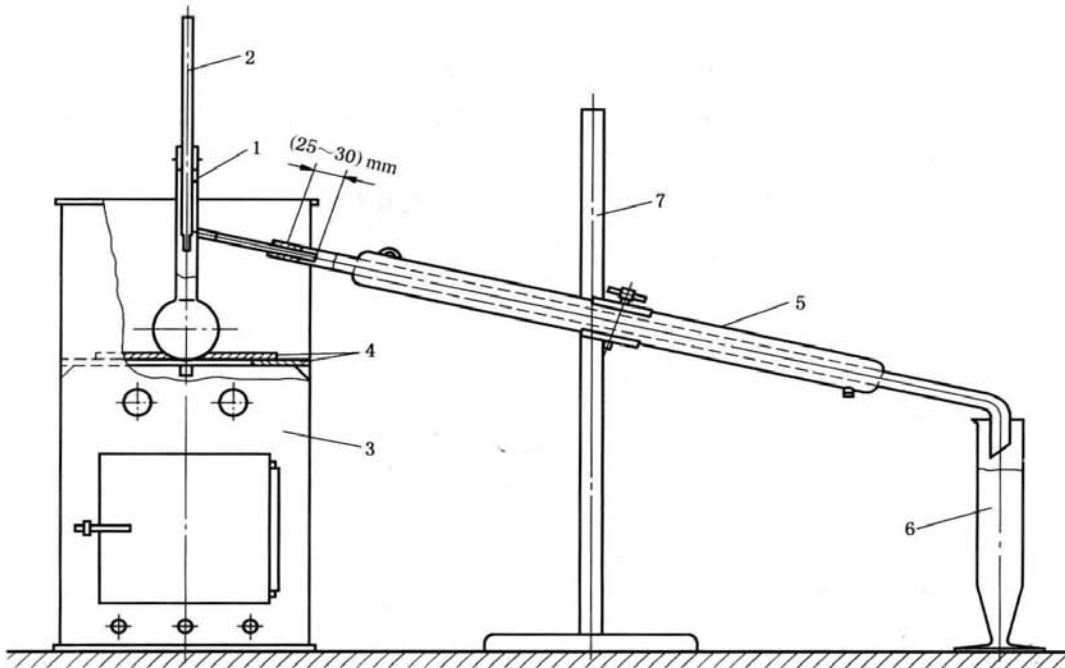
气压(气压表读数)单位:千帕(kPa)。

4 原理

在规定的条件下,蒸馏 100 mL 试样,观察温度计读数和馏出液的体积,并根据所得数据,通过计算得到被测样品的馏程。

5 仪器设备

涂料用溶剂蒸馏装置如图 1 所示,有关细节见 5.1~5.7。



- 1—蒸馏瓶;
- 2—温度计;
- 3—保温罩;
- 4—耐火板;
- 5—水冷凝管;
- 6—量筒;
- 7—铁架台。

图 1 涂料用溶剂蒸馏装置图

5.1 蒸馏瓶

用硬质玻璃烧制成,容积 200 mL。见图 2。

5.2 量筒

容积 100 mL,分格值 1 mL。见图 3。

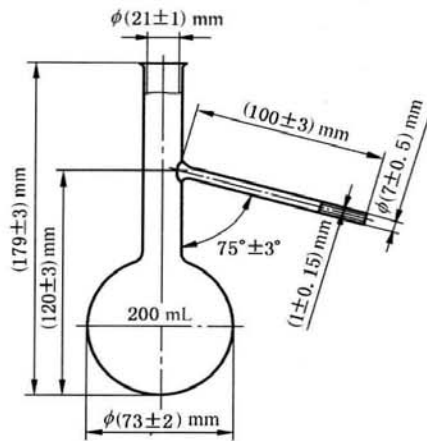


图 2 蒸馏瓶

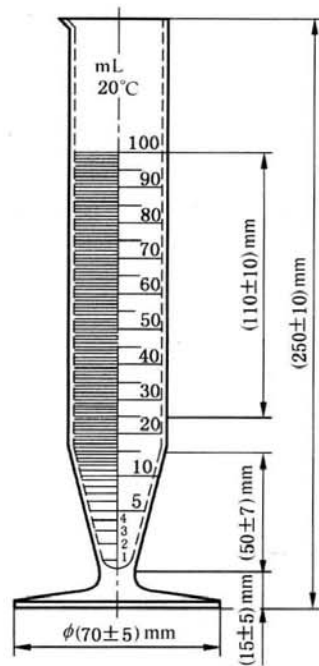


图 3 量筒

5.3 水冷凝管

用硬质玻璃烧制成,壁厚 1.0 mm~1.5 mm。见图 4。

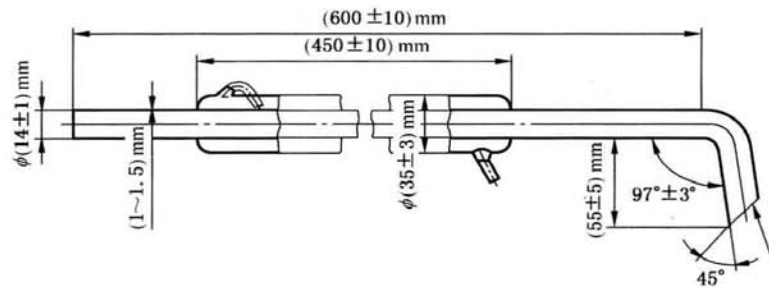


图 4 水冷凝管

5.4 温度计

温度计规格型号见表 1,其技术性能应符合 DIN 12785 和 ASTM E1:1980 的要求。

表 1 温度范围与温度计

温度范围/°C	温度计,符合 DIN 12785	温度计,符合 ASTM E1:1980
-2~52	BST0.2/-2/52	—
24~78	BST0.2/24/78	38 C-75
48~102	BST0.2/48/102	39 C-75
72~126	BST0.2/72/126	40 C-75
98~152	BST0.2/98/152	41 C-62
123~177	BST0.2/123/177	102 C-65
148~202	BST0.2/148/202	103 C-65
173~227	BST0.2/173/227	104 C-75
198~252	BST0.2/198/252	105 C-65
223~277	BST0.2/223/277	106 C-75
248~302	BST0.2/248/302	107 C-75
95~255	BST0.52/95/255	42 C-62
-2~300	BST1/-5/300	—

5.5 保温罩

用 0.7 mm 厚的钢板制成长方体或圆柱体。面向观测者的纵侧面有一道门,两个开口和一扇云母窗,可用于观察蒸馏过程。在对面的纵侧面上还有两个开口。在较宽的一面的上部有用于冷却管的凹槽。此外,四面容器壁的下部各有 3 孔。见图 5。

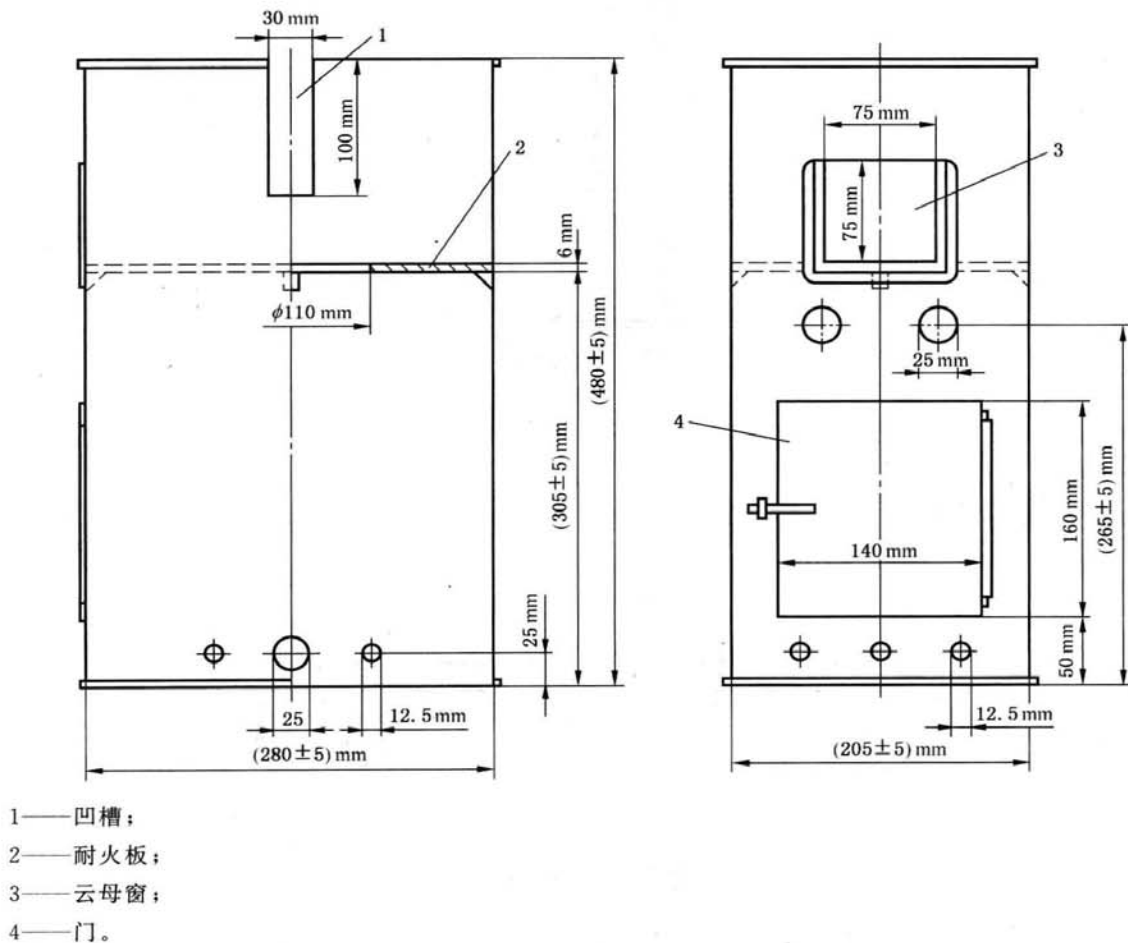


图 5 保温罩

5.6 蒸馏瓶支架(三脚架圈与耐火板)

5.6.1 用煤气灯进行加热

用双头接合套筒将三脚架圈固定在保温罩内。在三脚架圈上放置两块陶瓷耐火板,上面一块的规格为 150 mm×150 mm×6 mm,下面一块恰好置入保温罩的内部,结合紧密。上一块板上有一个直径为 50 mm 的加热孔,环形,带有垂直的侧壁。下部耐火板上有一个直径为 110 mm 的开口。三脚架圈处在下部耐火板开口的中心处。通过加热孔对蒸馏瓶进行直接加热。

5.6.2 用电炉加热

主要配置与 5.6.1 中相同,但可省去下部耐火板。上面耐火板直接位于加热装置上。

5.7 热源

5.7.1 煤气灯。为了确保加热过程不出现问题,必须拥有稳定的气体压力和敏感的调节阀。

5.7.2 可调温电炉,功率在 0~1 000 W 之间能迅速调节。它应当能够与保护罩外的、与它等高的蒸馏瓶支架同时进行调节,这样才能更好地发挥蒸馏瓶的作用。

5.8 气压计

6 取样

按照 DIN V 53242 第 1 部分和 DIN 53242 第 2 部分的规定取样,其用量至少能满足两次平行测定的要求。

7 准备工作

7.1 填充蒸馏瓶

用量筒准确量取 100 mL 试样,将其完全注入蒸馏瓶中。试样不得流入连接管中。

测定无水试样的馏程时,应在测定前使用无水硫酸钠对其进行数小时的干燥,并振荡数次直至试剂完全脱水后,如前所述,取 100 mL 样品,将其注入蒸馏瓶中。

7.2 使用温度计

为了测定试样的分馏曲线,需要用温度计进行预试验。温度计的测量范围应包括所有可能的温度范围。如果已知沸点范围,则应使用适当量程范围的温度计。

将带有软木塞的温度计插入蒸馏瓶中,使其位于瓶颈直径的中心位置,水银管的上端与连接管内侧最低点相平,并且温度计的连接点位于蒸馏瓶的瓶颈中。

7.3 安装蒸馏装置

将注满试样的蒸馏瓶置于上部耐火板的开口处,使其连接管伸入冷凝管中 25 mm~30 mm,必要时通过三脚架圈进行调整。用一个空木塞将连接管与冷凝管进行密闭连接。

7.4 安放量筒

量筒用于量取试样,测定前无须进行干燥。直接将其放在冷凝管下,使冷凝管的管头伸入量筒中 25 mm 以上,但是不能低于 100 mL 刻度线。管头不能触碰杯壁,以便观察到第一滴液体下落的情况。

7.5 冷凝水

冷凝水温度至少应低于试剂沸点初馏点 35℃。对于沸点高于 150℃ 的物质,应使用空气冷凝。

7.6 气压

在蒸馏过程中应对大气压进行测量。

8 试验步骤

8.1 记录室温,通入冷凝水,点火蒸馏。初馏点在 150℃ 以下的试样,从加热到初馏的时间为 5 min~10 min;初馏点在 150℃ 以上的试样为 10 min~15 min。记录第一滴馏出液自冷凝管末端滴下时的温度为初馏点。接着让量筒壁与冷却管的管头相接触,使馏出液沿着量筒壁缓慢流下。

8.2 整个蒸馏过程流速应保持在每分钟 4 mL~5 mL。如果蒸馏速度过快或过慢,则测定结果无效,应

当重新进行测定。

8.3 为了测定馏程,需要测定两个温度。在此区间内,可以获得相当于试验物质用量的 95% 的馏出液。测量第一个温度时,应适当高于沸点,比如馏出液达到 2 mL 时再进行读数。第二个温度也需要达到相应的体积之后再行测量,如馏出液达到 97 mL。馏出液的体积精确到 1 mL,温度精确到 0.1℃。在描绘蒸馏曲线时,需要标出初馏点和终馏点。另外也要标出蒸馏体积达到 5%、10% 和 95% 以及 10% 的整数倍时的沸点温度。浸出率以体积分数(%)来表示。测定前,对蒸馏瓶进行称量,测定完毕后再次称量一次,即可计算出蒸馏残余物的量。

8.4 当达到干燥点或者发现物质开始分解时,即表示蒸馏结束。在此之后,尽管仍然会有热量被吸收,但升温速度明显降低,甚至出现降温现象,同时馏出液迅速增加。

8.5 为了避免过度加热,应当注意以下几点:

- 加热孔的规格应符合规定,并呈圆形。耐火板上不能有裂缝或其他瑕疵。
- 蒸馏瓶应牢固地安放在加热孔内。
- 煤气灯有明火,与蒸馏瓶底部保持 15 mm~20 mm 的距离,使火焰刚好接触到蒸馏瓶的底部中心处。
- 耐火板上方的空气温度应低于蒸馏瓶中的温度。
- 蒸馏瓶不能有其他的热源。
- 特别是对于沸点比较低的物质,在各次试验后应等待足够长的时间,以使试验仪器完全冷却。
- 在使用电炉时,如果加热面积和热源的热量能力过大,都会使过度加热的风险更高。因此在沸点测定中,应使用煤气灯。

8.6 当达到终馏点后,应每 2 min 测量一次量筒所收集馏出液的体积。如果 2 min 内,馏出液的量没有发生变化,记录该测量体积作为馏出液收集量。该体积与 100 mL 之间的差值即为馏出液损耗量。

8.7 当蒸馏瓶冷却后,将其中残留的试样注入一个 10 mL 的量筒中,测定其体积,作为蒸馏残留物量记录下来。此时,对试验前已称过一次的蒸馏瓶进行称量,即可精确测定蒸馏物的残余量。

9 结果计算

9.1 将 8.3 步骤中得到的结果绘制成表格,记录馏出液的体积和温度。并绘制曲线,用横坐标表示馏出液的体积,用纵坐标表示温度。

9.2 通过温度计读数对温度进行校正。

9.3 通过西德涅·杨格方程式,计算出标准气压下的沸点温度 t_n , 见式(1):

$$t_n = t + f_t \cdot d_p \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$d_p = 1013 - 10P_{amb}$, 单位为千帕(kPa);

f_t ——温度校正因子,单位为摄氏度每十分之一千帕(℃/0.1 kPa)(见附录 A 表 A.1);

P_{amb} ——气压,单位为千帕(kPa);

t ——根据 9.2 对温度计进行校正后的测定温度,单位为摄氏度(℃)。

如果测定试样没有出现在附录 A 表 A.1 中,请用表 2 中所列举的校正因子。

表 2 温度校正因子 f_t

温度 $t/^\circ\text{C}$	校正因子 $f_t/(\text{℃}/0.1 \text{ kPa})$	温度 $t/^\circ\text{C}$	校正因子 $f_t/(\text{℃}/0.1 \text{ kPa})$
50	0.026	200	0.039
75	0.028	225	0.041
100	0.031	250	0.044
125	0.033	275	0.045
150	0.035	300	0.047
175	0.037		

10 试验报告

试验报告至少应包含下列内容：

- a) 受试物质的种类与名称；
- b) 本标准的说明；
- c) 8.3 和第 9 章中的馏程，占总体积 95% 的馏出液量，同时说明，测定这两个温度值时的馏出液体积(例如：2 mL 和 97 mL)；
- d) 根据 8.3 和第 9 章绘制蒸馏曲线，温度精确到 0.1℃；
- e) 根据 9.3，校正为标准气压下的沸点温度，气压值(气压计读数)以 kPa 表示；
- f) 根据 8.7，蒸馏残余物的量，以体积分数(%)表示，同时考虑到试剂的浓度；
- g) 根据 8.6 和 8.7 测定的损耗量，以体积分数(%)表示，同时考虑到试剂的浓度；
- h) 观察到的形成泡沫、雾化、形成晶体、裂化以及蒸馏瓶中的残留物等现象；
- i) 与本标准要求有所偏差的试验条件；
- j) 试验日期。

11 精密度

对于馏程低于 10℃ 的试样，不同观测者在不同气压条件下测量到的校正温度偏差值不超过 0.4℃，体积偏差不超过 2 mL。

附录 A

(规范性附录)

各种受试物质沸点和沸点校正因子 f_t 一览表各种受试物质沸点和沸点校正因子 f_t 一览表见表 A.1。表 A.1 各种受试物质沸点和沸点校正因子 f_t 一览表

受 试 物 质	沸点/°C (在 101.3 kPa)	沸点校正因子/(°C/0.1 kPa)
丙酮	56.1	0.029
乙腈	81.6	0.032
2-氨基乙醇	170.7	0.030
芳烃溶剂油	—	0.037
苯	80.1	0.032
正丁醇(1-丁醇)	117.7	0.028
仲丁醇(2-丁醇)	99.5	0.027
叔丁醇(2-甲基-2-丙醇)	82.5	0.025
异丁醇(2-甲基-1-丙醇)	107.9	0.027
2-丁酮	79.6	0.031
2-丁氧基乙醇	170.2	0.035
二甘醇丁醚	230.4	0.038
乙酸丁酯	126.1	0.034
乙酸异丁酯	112.4	0.035
γ-丁内酯	192.8	0.042
氯苯	204.0	0.036
3-氯丙烯	131.7	0.037
异丙苯	45.1	0.029
环己酮	80.7	0.033
二丙酮醇(4-羟基-4-甲基-2-丙酮)	155.6	0.036
1,2-二氯乙烷	142.2	0.036
二氯甲烷	83.5	0.035
二甘醇(2,2'-羟基缩二乙醇)	39.75	0.028
乙醚	34.55	0.028
二异丁烯(2,4,4-三甲基-1-戊烯)	68.3	0.031
二异丙醚	146.2	0.036
1,3-二甲基-3-丁醇乙酸酯	153.0	0.033
N,N-二甲基甲酰胺	169.3	0.038
二异丁酮(2,6-二甲基-4-庚酮)	101.3	0.032
1,4-二氧六环	34.3	0.027
1,2-乙二醇	197.6	0.032
乙醇	78.3	0.025
2-乙氧基乙醇	135.6	0.031
2-(2-乙氧基)乙氧基乙醇	201.9	0.036
2-[2-(2-乙氧基乙氧基)乙氧基乙醇]	255.4	0.038
2-乙氧基乙酸乙酯	156.3	0.034
乙酸乙酯	77.2	0.030
乙苯	136.2	0.037
2,2'-乙基二氧二乙醇	287.6	0.038
1,2-己二醇	197.1	0.034

表 A.1 (续)

受 试 物 质	沸点/°C(在 101.3 kPa)	沸点校正因子/(°C/0.1 kPa)
乙酸己酯	171.6	0.038
4-羟基-4-甲基-2-戊酮	168.0	0.033
乙酸异丁酯	117.3	0.033
2-异丙氧基乙醇	142.8	0.033
乙酸异丙酯	88.5	0.031
异丙苯	152.4	0.038
甲醇	64.5	0.025
2-甲氧基乙醇	124.6	0.031
2-2-甲氧基乙氧基乙醇	193.8	0.035
2-甲氧基乙酸乙酯	144.5	0.033
4-甲氧基-4-甲基-2-戊酮	160.6	0.037
乙酸甲酯	56.3	0.028
3-甲基-1-丁醇	130.5	0.029
6-甲基-3-庚酮	158.2	0.037
5-甲基-2-庚酮	144.9	0.036
4-甲基-2-戊醇	131.8	0.031
4-甲基-2-戊酮	116.2	0.034
4-甲基-3-戊烯-2-酮	129.8	0.035
2,2'-氧代二乙醇	245.8	0.039
氧代二丙醇(异构体混合)	232.8	0.038
正戊醇(1-戊醇)	138.0	0.031
仲戊醇(2-戊醇)	119.0	0.028
乙酸戊酯	149.5	0.036
1,2-丙二醇	187.6	0.031
1-丙醇	97.4	0.026
2-丙醇	82.3	0.025
2-丙烯-1-醇	96.9	0.028
乙酸丙酯	101.6	0.032
吡啶	115.4	0.034
苯乙烯	145.1	0.037
四氯乙烷	121.2	0.038
四氯甲烷(四氯化碳)	76.75	0.032
四氢呋喃	66.0	0.033
1,1,1-三氯乙烷	74.0	0.033
三氯乙烯	87.2	0.031
三氯甲烷	61.15	0.030
1,2,3-三甲苯	176.1	0.038
1,2,4-三甲苯	169.3	0.038
1,3,5-三甲苯	164.7	0.038
3,5,5-三甲基-2-环己基-1-酮	215.3	0.044
2,4,4-三甲基戊烯	101.4	0.034
乙酸乙烯酯	72.7	0.030
二甲苯(异构体混合物) ^a	—	0.037
邻-二甲苯	144.4	0.037
间-二甲苯	139.1	0.037
对-二甲苯	138.3	0.037

^a 二甲苯(异构体混合)可能含有乙苯。由于乙苯与二甲苯的校正因数相同,因此可以忽略不计。

参 考 文 献

- [1] DIN 51751 液态石油碳氢化合物馏程的测定
 - [2] DIN 51761 克来玛-斯比尔克法测定苯系物馏程
 - [3] DIN 53169 涂料用溶剂 浓度、折射率、燃点、酸值、皂化值、烯烃与芳香烃含量的测定
 - [4] DIN 53170 涂料用溶剂蒸发值的测定
 - [5] DIN 53174 第1部分 涂料用溶剂 混合溶剂的测定方法 一般性指示
 - [6] DIN 53401 皂化值的测定
 - [7] DIN 53402 酸值的测定
 - [8] DIN ISO 6271 透明液体 使用铂钴色度标尺测定颜色指数(哈森颜色指数, APHA 颜色指数) 与 ISO 6271:2004 相一致
-