



中华人民共和国国家标准

GB/T 22054—2008/ISO 918:1983

有机液体(除石油产品)蒸馏 特性测定通用方法

Chemicals general method for determination of distillation
characteristics of organic liquids (other than petroleum products)

(ISO 918:1983, IDT)

2008-06-30 发布

2009-02-01 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 ISO 918:1983《有机液体(除石油产品)蒸馏特性测定通用方法》(英文版)。为了方便使用,进行了下述编辑性的修改:

- a) 将原标准前言删除;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”。
- c) 在公式符号注释中用符号“——”代替符号“=”;
- d) 删除原标准中的 4 个条文脚注。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中化化工标准化研究所、中国检验检疫科学研究院。

本标准主要起草人:陈会明、王晓兵、王军兵、梅建、郝楠、张君玺、孙鑫、周玮、王睁。

本标准是首次发布。

有机液体(除石油产品)蒸馏 特性测定通用方法

1 范围

本标准规定了沸点在 $30^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ 之间、在通常大气压下蒸馏过程中保持稳定的挥发性有机液体(石油产品除外)蒸馏特性的测定方法及试验装置。

本标准适用于在 $30^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ 之间、在通常大气压下蒸馏过程中保持稳定的挥发性有机液体(石油产品除外)蒸馏特性的测定。

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 3405 石油产品——蒸馏特性的测定

ISO 4626 挥发性有机液体——用作原料的有机溶剂沸点的测定

3 术语和定义

ISO 3405 和 ISO 4626 确立的术语和定义以及下列术语及定义适用于本标准。

3.1

初馏点 initial boiling point

在标准条件下进行蒸馏时,当第一滴冷凝物从冷凝器中落下时的温度(必要时通过校正)。

3.2

终馏点 final boiling point

在标准条件下样品蒸馏到最后阶段的最高温度(必要时通过校正)。

3.3

干点 dry point

在标准条件下蒸馏时,烧瓶底部最后一滴液体蒸发时的温度(必要时通过校正)。

3.4

沸程 boiling range

初馏点和干点之间的温度范围。

4 原理

为便于检测,蒸馏是在严格限定的情况下进行。

4.1 本标准规定测试产品的温度与冷凝物体积相对应;除非在冷凝物两种体积之间温度差异仅是为规定产品性质作准备的(标定温度作为体积函数),否则这些温度应按照第 9 章的规定进行校正;或

4.2 当温度计显示每个蒸馏温度时,按第 9 章规定是先前调整的温度,本标准为测试产品对冷凝物的体积有详细规定(标定体积作为温度的函数)。

5 装置

普通试验装置,和

5.1 蒸馏装置,如图 1 所示。

5.1.1 蒸馏烧瓶,有效容量 100 mL,硼硅酸盐玻璃,如图 2 所示。

5.1.2 温度计,玻璃质水银温度计,刻度以 0.2℃为间隔,最大误差±0.2℃,并为测试产品提供合适的计量范围。

温度计水银球顶部和第一个刻度线之间距离至少是 100 mm,或者没有收缩室,或收缩室非常接近水银球、或就在水银球处。

使用温度计浸入深度 100 mm(或选择全部浸入深度)作为校准刻度的标准。

补充要求,特别是关于温度计的范围,对于进行试验的产品可能规定使用国际标准。

5.1.3 100 mL 容量的接收瓶,刻度如图 3 所示。

5.1.4 Liebig/West 型冷凝器,硼硅酸盐玻璃,如图 4 所示,内管应具有以下尺度:

内径	14.0 mm±1.0 mm
壁厚	1.0 mm 至 1.5 mm
长管的垂直长度	600 mm±10 mm
短管的长度	55 mm±5 mm
长管与短管形成的角度	97°±3°

冷凝器内部的进口需要封闭,管轴及其出口应与它保持一致,把管轴一点平衡地放在平面上大约形成 45°夹角,如图 4 所示。

冷却水套中心垂直部分的长度应是 450 mm±10 mm,并且它的外径是 35 mm±3 mm。

5.1.5 风口挡,矩形截面,顶部和底部开口。它所具有的尺寸在图 5 显示,并且它是由 0.7 mm 厚的金属板料制成的。

风口挡上较窄两侧各有两个气孔。孔径 25 mm 位于耐热板下,如图 5 所示。

风口挡四面的每一面都有三个气孔,孔的中心与风口挡底部相距 25 mm。这些孔所处的位置如图 5 所示,位于较宽面中部孔的直径是 25 mm,其余剩下的 10 个孔直径是 12.5 mm。

每个宽面的中间部位,蒸馏烧瓶的侧管有一个纵向插槽,是从挡口顶部向下切割的,尺寸如图 5 所示。按图 5 的尺寸要求,无论哪个纵向插槽不能使用,为了封闭都要提供移动式快门。

耐热钢板的架子厚度为 6 mm,中央有一个直径为 110 mm 圆型通口,架子水平支撑挡口并使它适当接近挡口两侧,以确保热气不接触烧瓶的两侧及瓶颈。支撑的架子可能由金属片组成,牢牢地固定挡口的四角。

在挡口较窄边的其中一边,图 5 中提供了一个门的尺寸,并且在挡口较窄边的每一边,挡口周围叠加了一个大约 5 mm 的口子,云母窗位于中央,窗子的底部与耐热架的顶部水平。窗子的尺寸和位置如图 5 所示。

5.1.6 耐热板

除 5.1.5 涉及的耐热架外,还需要一个 150 mm² 和 6 mm 厚的耐热板。它的中央有一个直径 50 mm 的孔,除非另作说明否则试验中的材料要按照规定要求。

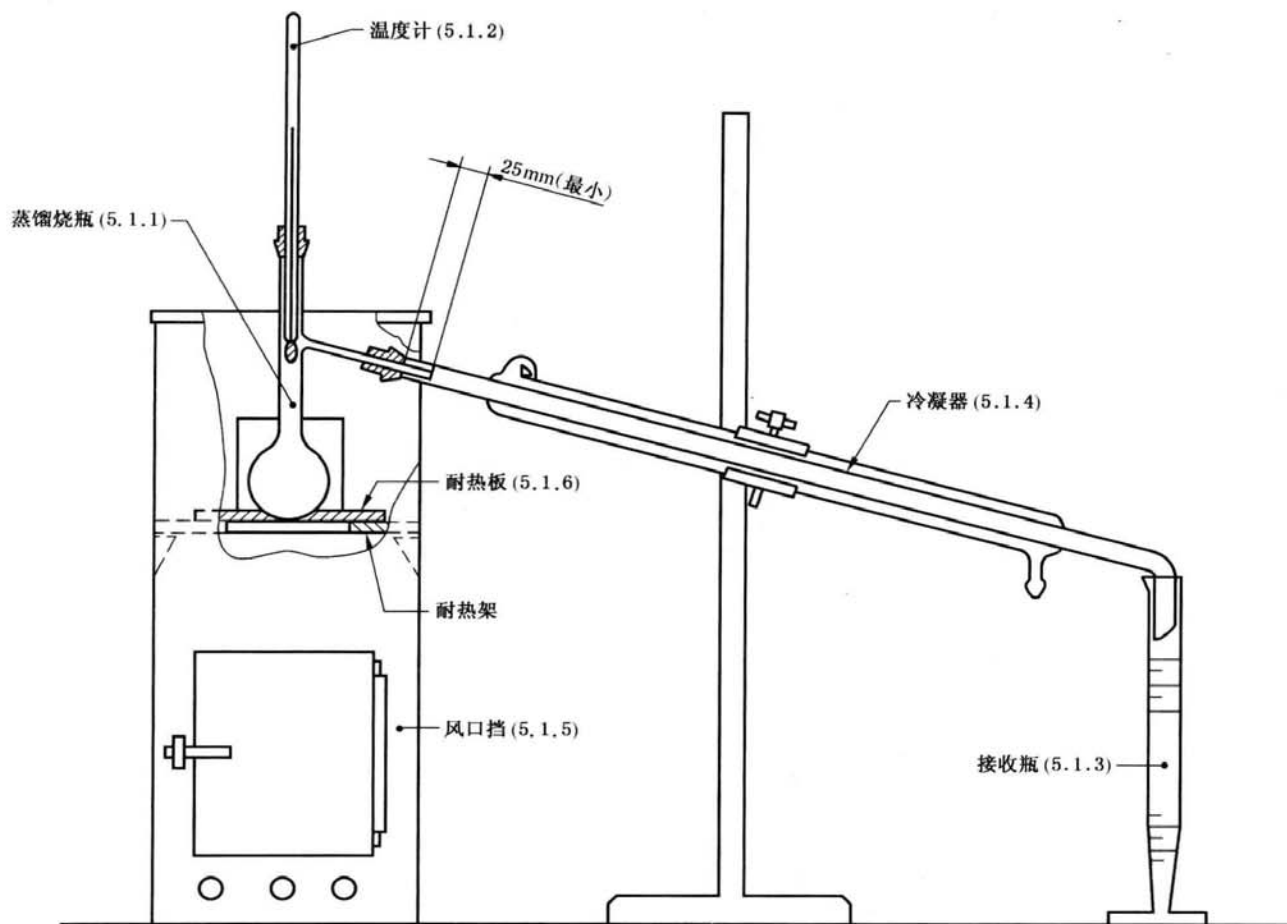


图 1 蒸馏装置图(5.1)

单位为毫米

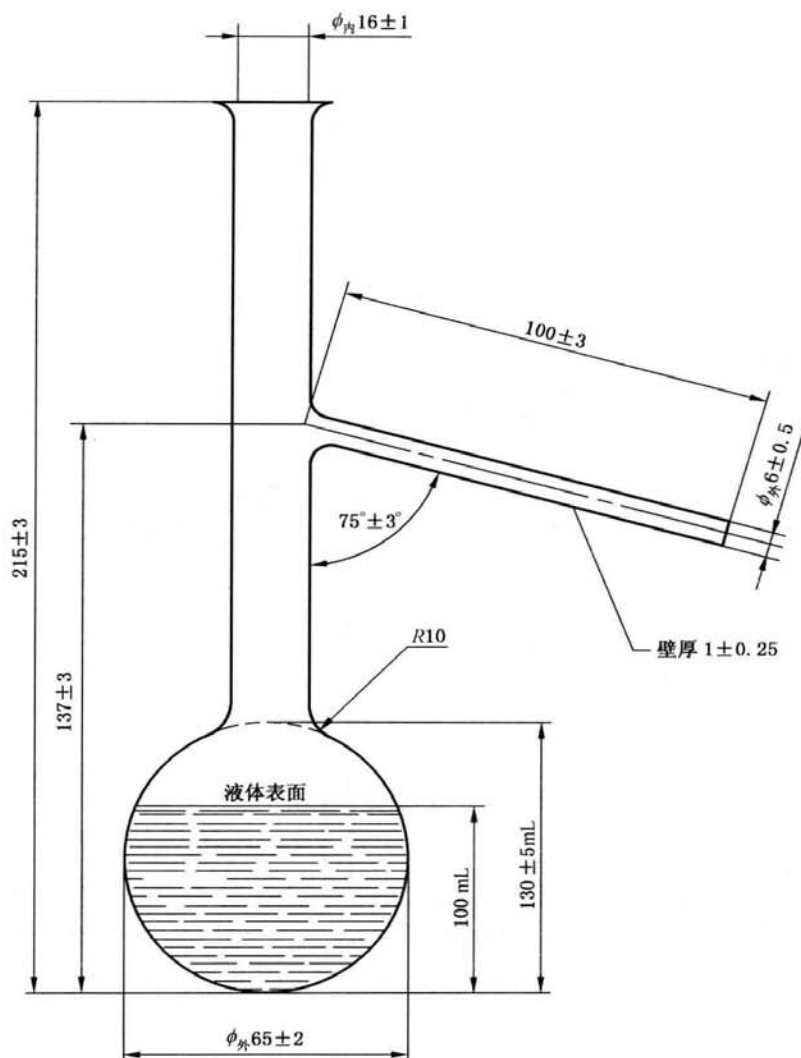


图 2 蒸馏烧瓶(5.1.1)

单位为毫米

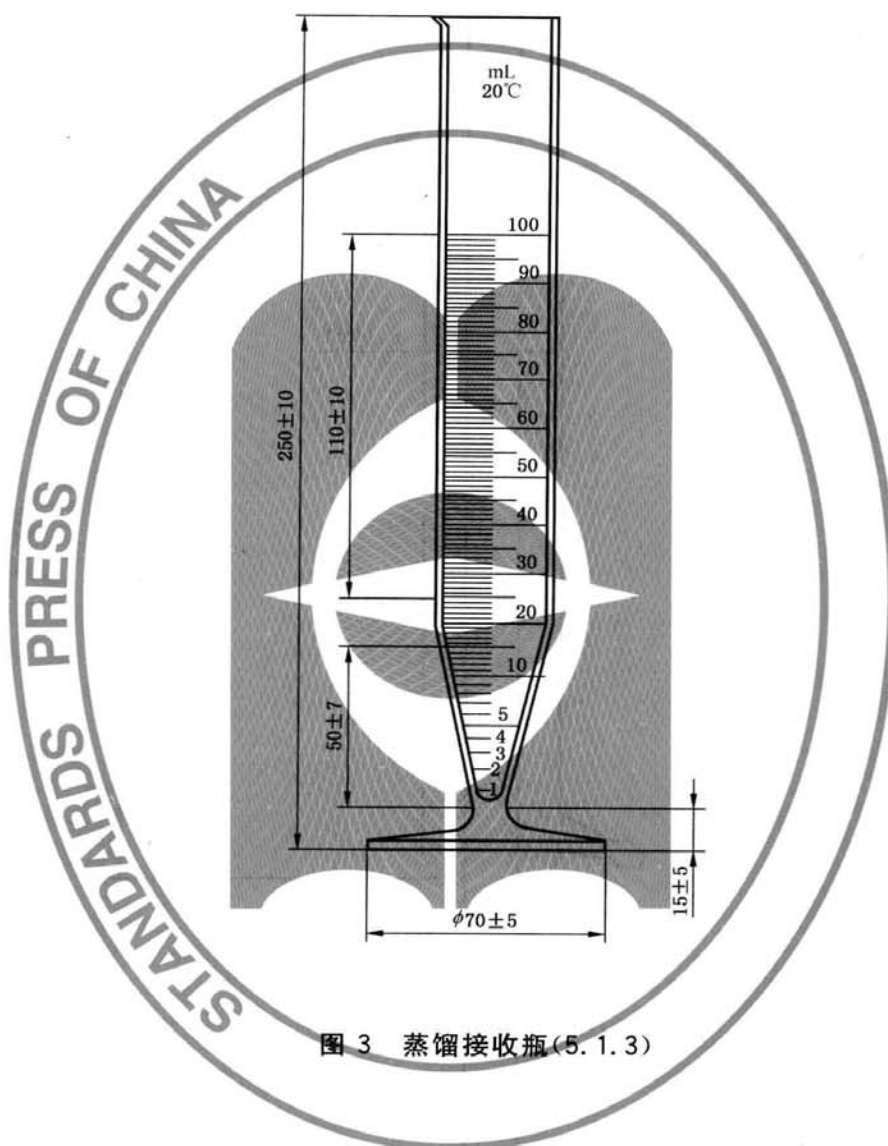


图 3 蒸馏接收瓶(5.1.3)

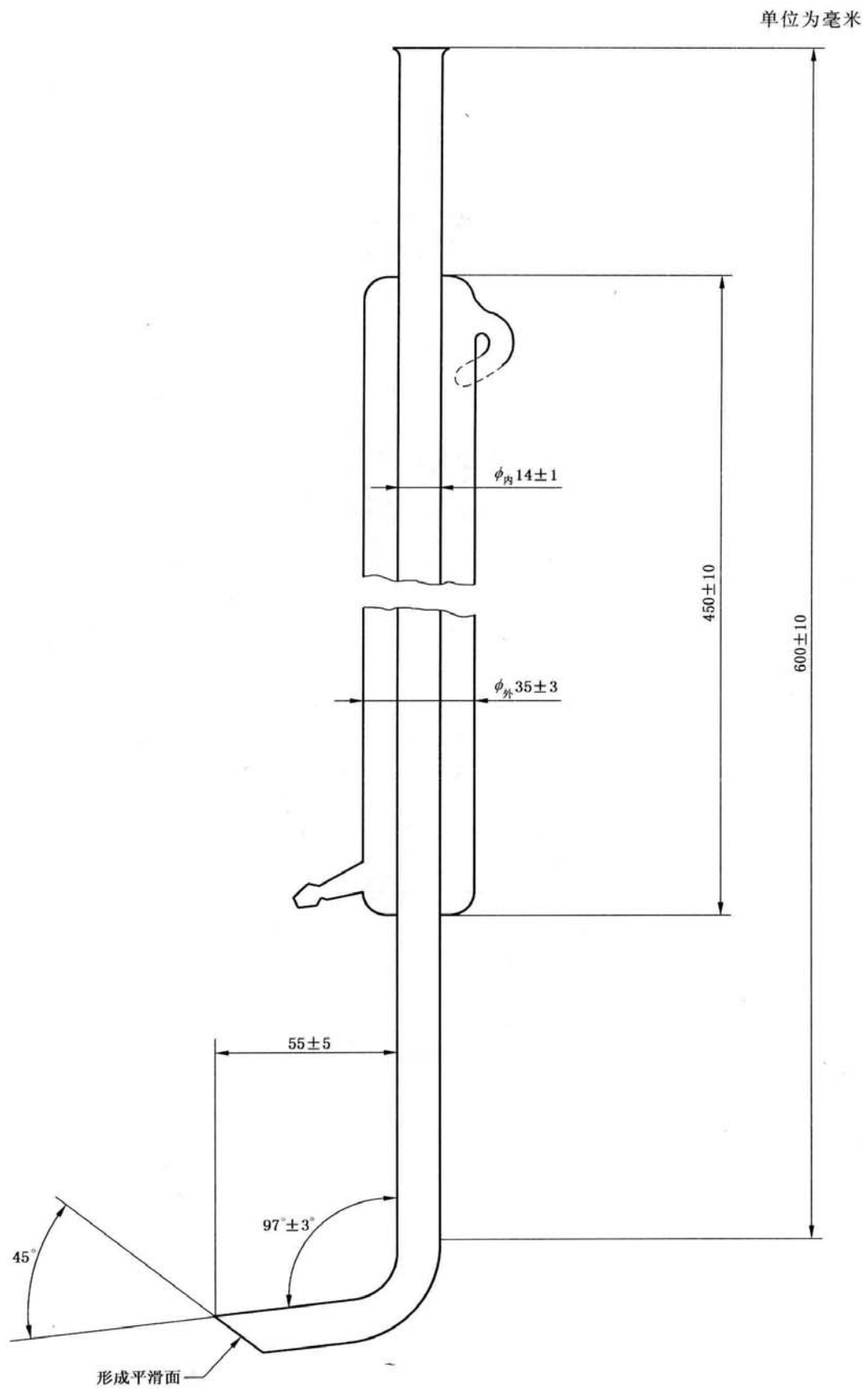


图 4 冷凝器(5.1.4)

单位为毫米

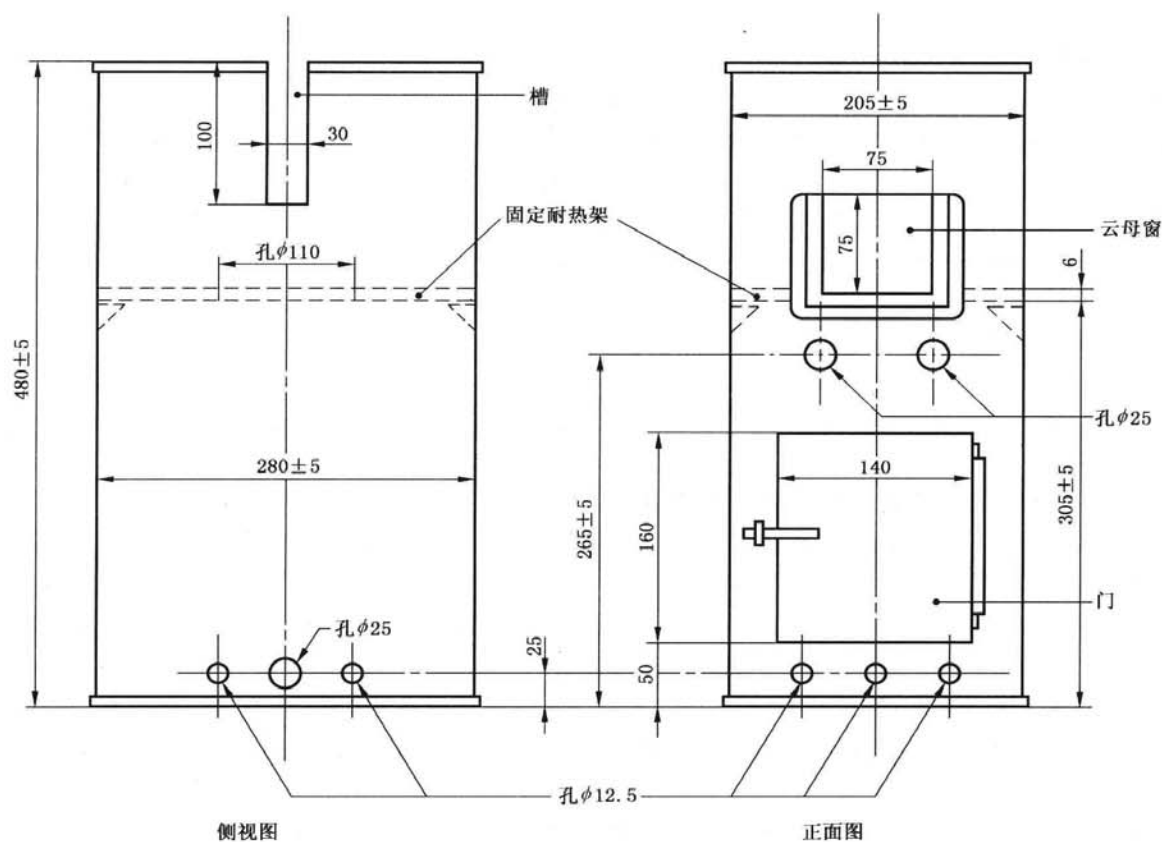


图 5 风口挡(5.1.5)

5.2 装置的配件

图 1 所示蒸馏器配件。

5.2.1 温度计的位置

使用一个不受试验液体侵蚀且吻合较好的塞子将温度计固定在烧瓶的瓶颈处。毛细管和温度计水银球的交界处应与侧管和烧瓶颈部之间交界处的较低端保持水平。塞子应设计在烧瓶颈部的顶部上大约 10 mm 处。

当温度计按照上面的指示安装在适当位置时,温度计上的浸入线和控制温度计在烧瓶颈部恰当位置的顶部塞子是相邻的关系。

5.2.2 烧瓶支架

耐热板(5.1.6)应位于风口挡耐热架的顶部,以便两个孔接近于同心圆的状态。然后,将烧瓶置于恰当的位置得以更接近耐热板的孔。

5.2.3 烧瓶与冷凝器的连接

烧瓶应该被连接到冷凝器上,以便侧管的末端进入冷凝器至少 25 mm 且应是同轴的。

6 取样

供给试验室样品用干净、干燥及密封深色玻璃烧瓶,还要用合适的毛玻璃塞或带有密封惰性塑料封条的螺帽。瓶子的容量需要几乎可完全容纳被测样品。如要必须密封容器,当心可能导致污染的任何物质。

如果需要特殊的预防措施,那么应提供相应的国际标准试验方法。

按照本标准规定进行试验,推荐试验室取样 500 mL。

注:工业用液体化学产品取样将成为未来国际标准的对象。

7 步骤

7.1 试验样品

用容器(5.1.3)取得 100 mL±1 mL 的试验室样品。
如果预期蒸馏温度位于 70℃ 以下,那么校准样品温度,取样前,相应值如表 1 所示。

表 1 取样温度

初沸点/℃	冷凝器/℃	样品/℃
<50	0~3	0~3
50~70	0~10	10~20
70~150	25~30	20~30
>150	35~50	20~30

7.2 蒸馏

警告 在通风效果好的通风橱中进行蒸馏。

尽可能完整的将试验部分(7.1)转移至蒸馏烧瓶(5.1.1)中,并且加一个洁净、干燥多孔渗水的壶。将蒸馏烧瓶及瓶中物质,温度计(5.1.2)及容器(5.1.3)放在适当的位置上,并确保冷凝器可以稳定地供水。

注:原料预期沸点在 70℃ 以下,应把冷凝器供水的温度和容器的温度校准为表格 1 显示的值。在这样的情况下,维持表格 1 所示的温度值把接收瓶浸入在透明冷水浴里。

点燃燃烧器并调整火焰,使沸点在 100℃ 以下的原料在蒸馏 5 min~10 min 后,沸点在 100℃ 以上的原料在蒸馏 10 min~15 min 后,或任何其他时间间隔后,第一滴蒸馏液从冷凝器末端落下,试验的原料是完全按照规定中要求的。

再调整火焰,除非在试验原料的规定中另作说明,否则冷凝物以 3 mL/min~4 mL/min 的速度进行收集,大约是每秒 2 滴的速度。要是需要最小的火焰,只需要调整燃烧器和烧瓶底部的距离就可以实现。

做相应记录:

- 温度作为体积的函数(4.1);
- 体积作为温度的函数(4.2)。

另外,记录大气压和气压温度所显示的读数。

8 气压计读数的校正

大气压力通常是用水银气压计(Fortin 型)进行测量的,以毫巴(mbar)为单位用黄铜刻度进行校准。1 标准大气压(1 atm)=1 013.25 mbar=101 325 Pa,见 ISO 31-3。

注:如果气压计是以温度计毫米汞柱单位进行校正的,为了得到相应的 mbar 单位,需要乘以观测值 1.332 89(四舍五入至 1.333)。

然而,如果压力读数是以帕斯卡(Pa)为单位测量的,那么注意下面的换算值:

$$1\text{ bar}=1\,000\text{ mbar}=10^5\text{ Pa}=100\text{ kPa}=0.1\text{ MPa},\text{见 ISO 31-3}$$

8.1 仪表读数校正

最初观察到的正确气压计读数应与由工具得出的测量结果一致。通过在温度和观察位置方面合理地调整气压计,那么将显示出校正过读数的大气压。

8.2 温度校正至 0℃

校正通过 8.1 获得的数值到 0℃,同时还要考虑显示的温度读数和使用的气压计类型。

如果水银气压计是 Fortin 类型的,或是任何其他类型的,那么气压计水银柱校正到置信水平位置时,得到大气压力读数,应用表 2 给出的校正值。

如果使用 Kew 类型的气压计,也就是在没有调整水银容器中水银柱的水平线时得到大气压力的读数,那么温度校正与表 2 给出的将有些不同。Kew 类型气压计的温度系数与量程关系较小,通常只要

将 Kew 气压计的温度校正至超过表 2 数值的 5% 范围以内, 就可以得到精确的测量值。

表 2 黄铜刻度 Fortin 气压计 气压计读数校正至 0℃ (大气压读数减去校正值)

气压计 温度/℃	气压计读数/ 10^{-4} MPa ^a							
	925	950	975	1 000	1 025	1 050	1 075	1 100
10	1.51	1.55	1.59	1.63	1.67	1.71	1.75	1.79
11	1.66	1.70	1.75	1.79	1.84	1.88	1.93	1.97
12	1.81	1.86	1.90	1.95	2.00	2.05	2.10	2.15
13	1.96	2.01	2.06	2.12	2.17	2.22	2.28	2.33
14	2.11	2.16	2.22	2.28	2.34	2.39	2.45	2.51
15	2.26	2.32	2.38	2.44	2.50	2.56	2.63	2.69
16	2.41	2.47	2.54	2.60	2.67	2.73	2.80	2.87
17	2.56	2.63	2.70	2.77	2.83	2.90	2.97	3.04
18	2.71	2.78	2.85	2.93	3.00	3.07	3.15	3.22
19	2.86	2.93	3.01	3.09	3.17	3.25	3.32	3.40
20	3.01	3.09	3.17	3.25	3.33	3.42	3.50	3.58
21	3.16	3.24	3.33	3.41	3.50	3.59	3.67	3.76
22	3.31	3.40	3.49	3.58	3.67	3.76	3.85	3.94
23	3.46	3.55	3.65	3.74	3.83	3.93	4.02	4.12
24	3.61	3.71	3.81	3.90	4.00	4.10	4.20	4.29
25	3.76	3.86	3.96	4.06	4.17	4.27	4.37	4.47
26	3.91	4.01	4.12	4.23	4.33	4.44	4.55	4.66
27	4.06	4.17	4.28	4.39	4.50	4.61	4.72	4.83
28	4.21	4.32	4.44	4.55	4.66	4.78	4.89	5.01
29	4.36	4.47	4.59	4.71	4.83	4.95	5.07	5.19
30	4.51	4.63	4.75	4.87	5.00	5.12	5.24	5.37

^a 如果用毫米汞柱作单位气压计则需要校准, 见第 8 章注释。

8.3 标准重力校正

以标准的毫巴为单位在观测位置 0℃ 时给出符合 8.1 及 8.2 规定的校正后的大气压值。然而, 如果蒸馏是在和标准值不同的重力值范围内进行的, 那么为了在得到标准重力下的换算值进行第三次校正是必要的。在观测位置, 乘以 $\frac{g}{9.806\ 65}$ 得到上面所述的值, 其中 g 是自由落体的加速度, 单位用米/秒² 表示。通过参考表 3 进行校正标准重力, 由于纬度不同表 3 中给出了适当的校正。按表 3 校正后是否标记为正或负, 由加或减后显示的值决定。

重力的改变除纬度原因的改变外, 还有很多原因, 例如海拔高度, 可以忽略不计。

表 3 校正气压计读数至标准重力 ($g_n = 9.806\ 65\ \text{m/s}^2$)

纬度度数	大气压力读数/mbar							
	925	950	975	1 000	1 025	1 050	1 075	1 100
0	-2.48	-2.55	-2.62	-2.69	-2.76	-2.83	-2.90	-2.97
5	-2.44	-2.51	-2.57	-2.64	-2.71	-2.77	-2.84	-2.91
10	-2.35	-2.41	-2.47	-2.53	-2.59	-2.65	-2.71	-2.77
15	-2.16	-2.22	-2.28	-2.34	-2.39	-2.45	-2.51	-2.57
20	-1.92	-1.97	-2.02	-2.07	-2.12	-2.17	-2.23	-2.28
25	-1.61	-1.66	-1.70	-1.75	-1.79	-1.84	-1.89	-1.94
30	-1.27	-1.30	-1.33	-1.37	-1.40	-1.44	-1.48	-1.52

表 3 (续)

纬度度数	大气压力读数/mbar							
	925	950	975	1 000	1 025	1 050	1 075	1 100
35	−0.89	−0.91	−0.93	−0.95	−0.97	−0.99	−1.02	−1.05
40	−0.48	−0.49	−0.50	−0.51	−0.52	−0.53	−0.54	−0.55
45	−0.05	−0.05	−0.05	−0.05	−0.05	−0.05	−0.05	−0.05
50	+0.37	+0.39	+0.40	+0.41	+0.43	+0.44	+0.45	+0.46
55	+0.79	+0.81	+0.83	+0.86	+0.88	+0.91	+0.93	+1.95
60	+1.17	+1.20	+1.24	+1.27	+1.30	+1.33	+1.36	+1.39
65	+1.52	+1.56	+1.60	+1.65	+1.69	+1.73	+1.77	+1.81
70	+1.83	+1.87	+1.92	+1.97	+2.02	+2.07	+2.12	+2.17

9 温度校正

9.1 温度读数作为体积函数(见 4.1)

蒸馏后使用这些校正值。

9.1.1 校正温度计误差

假如在观测初沸点或干点时,温度计显示出错误的读数:如果温度计读数偏高,那么通过减去误差数更正读数,或者如果温度计读数偏低,则加上误差数更正读数。

当使用全部浸入的温度计时,还要对温度计露在外面的径干部分进行校正。

9.1.2 大气压力的校正

当大气压力如第 8 章所述进行校正时,偏离了 1 013.25 MPa,为了观测蒸馏温度,按照试验产品的规定或文献中所示进行更进一步地校正,见第 10 章。

9.2 体积计数作为温度函数(见 4.2)

蒸馏开始前使用这些读数。

9.2.1 校正温度计误差

如果温度计在规定的蒸馏温度里显示出错误的读数,按 9.2.2 进行校正,如果温度计读数偏高,则通过加上误差数校正读数,或者如果温度计读数偏低,则减去误差数。

当使用全部浸入的温度计时,还要对温度计露在外面的茎干部分进行校正。

9.2.2 大气压力的校正

当大气压力如第 8 章所述进行校正时,偏离了 1 013.25 mbar 数值,为了观测蒸馏温度,按照试验产品的规定或文献中所示进行更进一步地校正,见第 10 章。

10 结果表达式

分别使用第 8 章和第 9 章分别规定的大气压力和温度读数的校正方法。

为了计算出用于测试产品沸点变化系数的校正值作为压力函数,见 9.1.2 和 9.2.2,运用下面的公式,代入计算温度值(℃):

$$CV(1\,013.25 - p)$$

式中:

CV——是测试原料沸点随压力的变化率,单位为摄氏度每毫巴(℃/mbar);

注 1: 关于用于油漆和清漆业的最重要的有机溶剂数值的清单在 ISO 4626 中。

p——大气压力,按第 8 章在试验期间校正并取得,单位为毫巴(兆帕)[mbar(MPa)];

1 013.25——标准大气压,单位为毫巴(mbar)。

注 2: 如果试验部分的全部馏程没有超出 2℃,可以根据在 1 013.25 mbar 时观测的 50%沸点和实沸点间的差异对

温度计误差和大气压力进行联合校正,见 ISO 4626。
必须报告测试产品的特性。

11 试验报告

试验报告包括以下内容:

- a) 取样证明;
 - b) 有关方法在本标准的编号;
 - c) 表达式的结果和方法的使用;
 - d) 测定期间任何不寻常的显著特征;
 - e) 本标准中未包括的任何操作方式,或是作为参考的国际标准或作为备选的国际标准。
-