

中华人民共和国国家标准

GB/T 3209—2009
代替 GB/T 3209—1982

苯类产品蒸发残留量的测定方法

Method for determination the amount of distillation residual
of benzene-type product

2009-07-15 发布

2010-04-01 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

本标准代替 GB/T 3209—1982《苯类产品蒸发残留量的测定方法》。

本标准与 GB/T 3209—1982 相比主要差异如下：

- 增加了“规范性引用文件”；
- 修改了标准格式和单位表示；
- 更新了引用文件。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：武汉科技大学、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人：赵敏伦、何选明、陈晓霞、张少春、孙伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3209—1982。

苯类产品蒸发残留量的测定方法

1 范围

本标准规定了测定苯类产品蒸发残留量的试验原理,试样的采取、试剂、仪器、试验步骤、结果计算、精密度。

本标准适用于焦化苯、焦化甲苯、焦化二甲苯的蒸发残留量的测定。石油苯类产品也可参照使用。

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。

GB/T 686 化学试剂 丙酮

GB/T 1999 焦化油类产品取样方法

GB/T 3146 苯类产品馏程测定法

3 原理

将试样装入带冷凝器的蒸馏瓶中,蒸发 $3/4$ 体积,将残留液注入已恒重的铝皿中,在空气流中加热蒸发至干,测定铝皿的增重,此增重即为试样的蒸发残留量。

4 试剂与材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 丙酮:GB/T 686 分析纯。

4.2 空气:无尘粒和油雾。

5 仪器和设备

5.1 铝皿:平底,外径80 mm~100 mm,高25 mm~30 mm,重约2 g。

5.2 电热恒温干燥箱:能保持温度 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 分析天平:感量0.0001 g。

5.4 蒸馏仪器:符合GB/T 3146的规定。

5.5 量筒:100 mL的刻度量筒。

5.6 密封蒸发器:由蒸发罩和蒸发底盘组成,罩与底用螺丝连接,拧紧后不漏气。蒸发罩用有机玻璃或其他透明材料制成,蒸发罩的两侧上部相对处装有进气管和出气管。蒸发器底盘由紫铜板制成,盘的周边有孔,用螺栓把它与蒸发罩连接密封,蒸发器形状与尺寸如图1所示。

单位为毫米

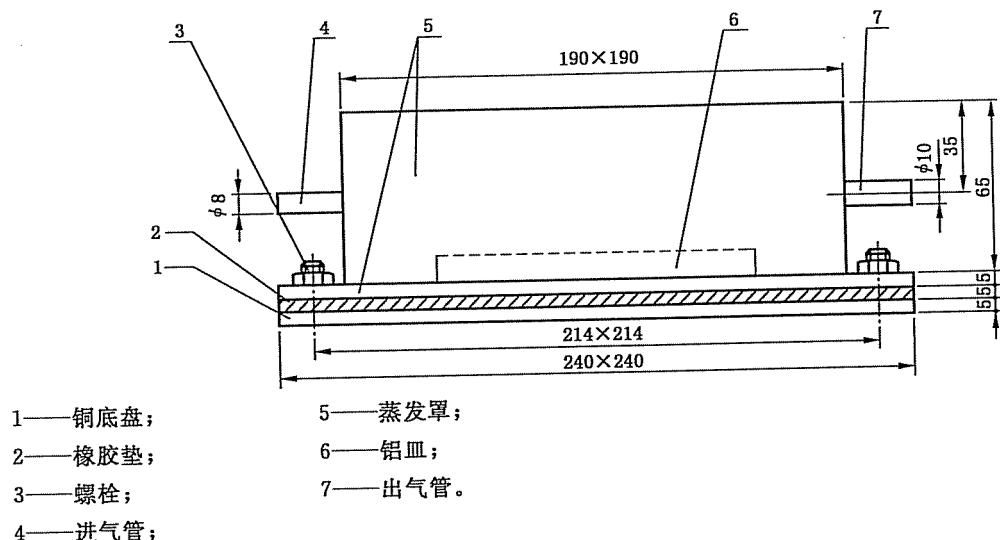


图 1 密封蒸发器

5.7 加热装置:电热恒温水浴或其他加热装置。

5.8 流量计:流量上限为 $0.5 \text{ m}^3/\text{h}$ 。

5.9 金属钳、漏斗、滤纸和干燥器等实验室用品。

6 采样

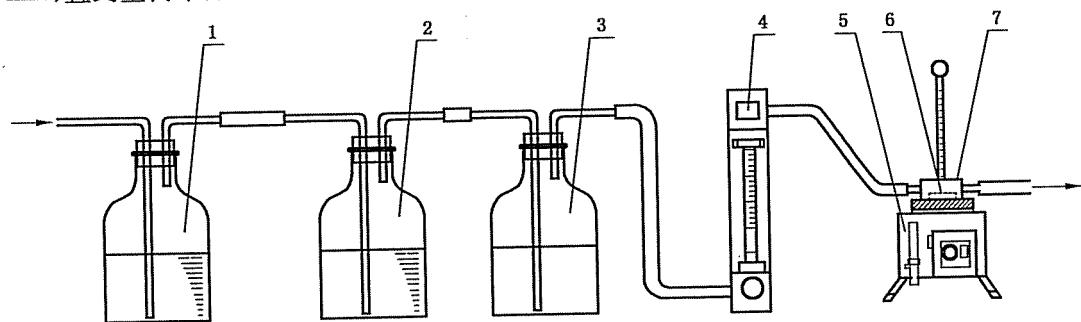
按 GB/T 1999 的规定,从大量物料中取出不少于 1 000 mL 的代表试样。

7 试验步骤

7.1 试验前先用丙酮(4.1)洗净铝皿,再用蒸馏水冲洗,最后再用丙酮洗一次,将铝皿放入电热恒温箱中,在 $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 下干燥 1 h,取出后放在密闭的干燥器中冷却 30 min。

用金属钳摄取铝皿到分析天平上称重,称准至 0.1 mg,再放入电热恒温箱中,在 $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 下烘干 30 min,冷却 30 min,称重,直到恒重(误差小于 0.002 g)。

7.2 用中速定性滤纸过滤试样,弃去最初 10 mL 滤液,量取 100 mL 滤过的试样,倒入蒸馏瓶中。连接单球分离管、水冷却管和牛角管。用煤气灯或者其他方法加热蒸馏瓶,进行蒸馏,蒸馏速度 $4 \text{ mL}/\text{min} \sim 5 \text{ mL}/\text{min}$,直到量筒中达 75 mL 馏出物为止,立即撤去热源。



- | | |
|--------------|----------|
| 1—30% 硫酸瓶； | 5—水浴锅； |
| 2—30% 氢氧化钠瓶； | 6—铝皿； |
| 3—空瓶； | 7—密封蒸发器。 |
| 4—转子流量计； | |

图 2 加热蒸发装置

7.3 将已经恒重的铝皿用金属钳摄取，置于洁净的蒸发器底盘上，把量筒里已经冷却的残液倒入铝皿中，将量筒倒立于铝皿上至少 15 s。

先将蒸发器移到水浴上加热，按图 2 连接流量计、空气净化装置，将出气口连接到排气口或室外。将铝皿放入蒸发器，倒入试样再将蒸发罩盖上，旋紧螺栓，通入净化过的空气，控制流速不超过 5 L/min，进行加热。空气从上方通过，蒸发试样至干，再继续通气 30 min。

注：如果用其他方法加热蒸发器，温度不超过 105 °C。

7.4 移去蒸发罩,用金属钳取出铝皿放入 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中,干燥1 h,用金属钳取出铝皿放入干燥器中冷却30 min,称量,称准至0.1 mg,再放入 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中烘干30 min,称量,直至恒重(误差小于0.002 g)。

8 结果计算

试样的蒸发残留量(m)按式(1)计算:

式中：

m——试样蒸发残余量,单位为毫克每100毫升(mg/100 mL);

m_1 ——铝皿和残留物质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——铝皿的质量,单位为毫克(mg)。

9 精密度

重复性(r)不得超过 0.4 mg/100 mL。

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

苯类产品蒸发残留量的测定方法

GB/T 3209—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2009 年 11 月第一版 2009 年 11 月第一次印刷

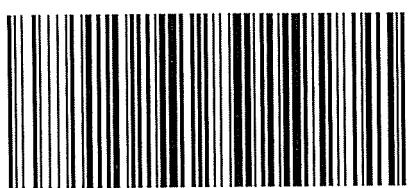
*

书号：155066·1-38992 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



GB/T 3209-2009