

中华人民共和国国家标准

GB/T 2539—81

石蜡熔点（冷却曲线）测定法

Petroleum waxes—Determination
of melting point—Cooling curve

本标准适用于石蜡熔点的测定，不适用于微晶蜡和石油脂。

1 方法概要

在规定的条件下冷却熔化了了的石蜡试样，当冷却曲线上第一次出现停滞期的温度，即为石蜡的熔点。

在石蜡试样冷却过程中，每15秒记录一次温度，当第一次出现五个连续数总差不超过0.1℃时，即为第一次停滞期，五个连续数的平均值即为所测试样的熔点。

2 仪器

2.1 试管：用钠—钙玻璃制作。外径25毫米，壁厚2~3毫米，长100毫米，管底为半球形。在距试管底50毫米高处刻一环状装样线，在距试管底10毫米处刻一温度计定位线。

2.2 空气浴：内径51毫米，深113毫米的圆筒。

2.3 水浴：内径130毫米，深150毫米，空气浴置于水浴中，要求空气浴周围与水浴壁以及底部保持38毫米水层。水浴测温孔要使温度计离水浴壁20毫米。

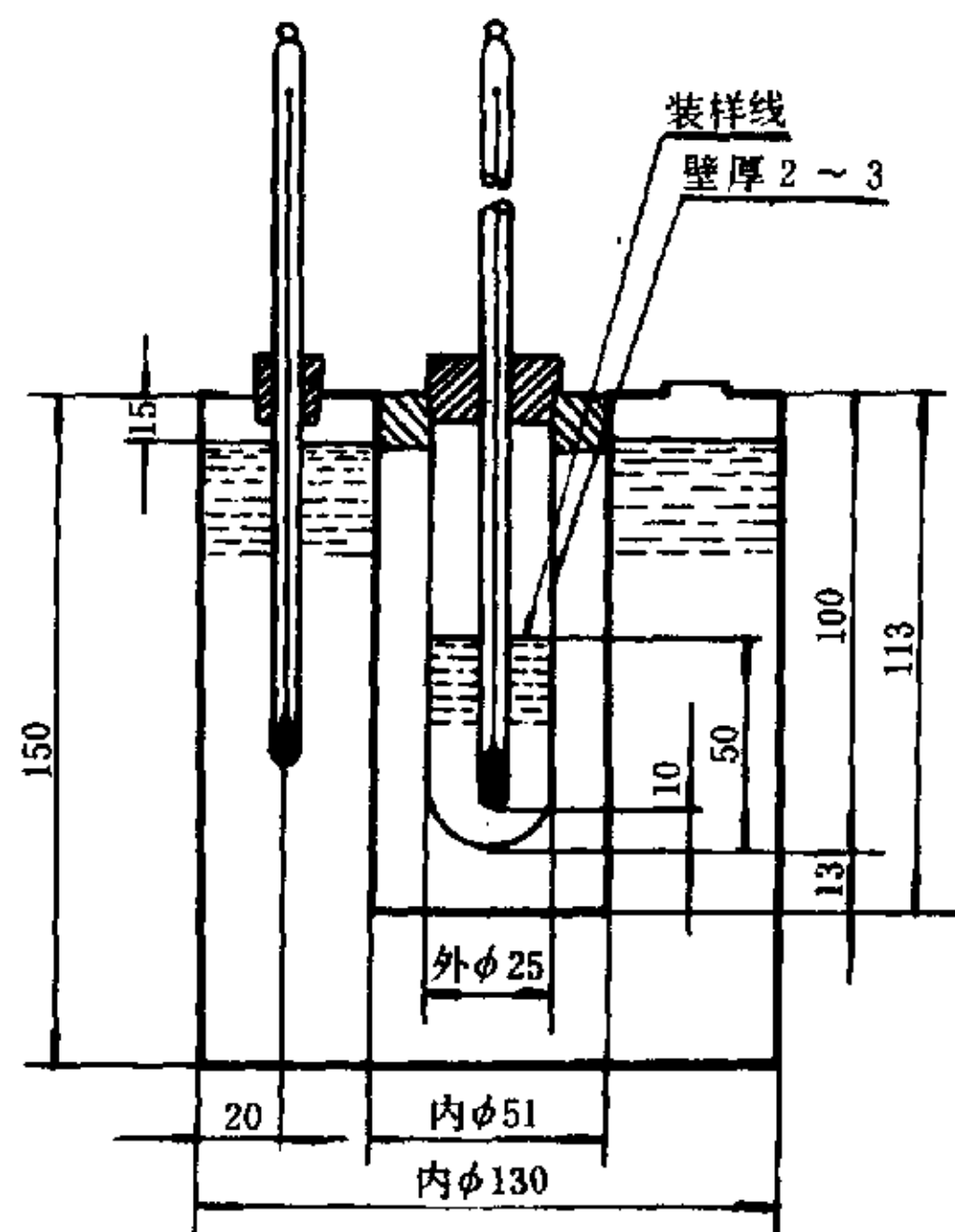
2.4 熔点温度计：符合附录A要求。

2.5 水浴温度计：半浸入式，要求在使用范围内能准确到1℃。

2.6 烘箱或水浴：温度控制能达到93℃。

3 试验步骤

3.1 将温度计、试管、空气浴、水浴按图示安装：试管配一合适的软木塞，中间开孔固定熔点温度计，温度计79毫米浸没段要插在软木塞下面。温度计插入试管，温度计底距管底10毫米。



石蜡熔点(冷却曲线)测定器

3.2 在水浴中注入 $16\sim 28^{\circ}\text{C}$ 的水,水面与顶部距离小于15毫米。在整个试验过程中,水温保持在 $16\sim 28^{\circ}\text{C}$ 。

3.3 将试样放入洁净的烧杯,在烘箱或水浴中加热到估计熔点 8°C 以上,或加热到试样熔化后再升高 10°C ,或加热到 $90\sim 93^{\circ}\text{C}$,不可用明火或电热板直接加热试样。

3.4 将熔化的试样装到预热的试管中,加至50毫米刻线处,插入带温度计的软木塞,使温度计底至10毫米刻线。

3.5 在保证蜡温比估计熔点至少高 8°C 的情况下,将试管垂直装在空气浴中。

3.6 每隔15秒记录一次温度,估计到 0.05°C ,当第一次出现五个连续数总差不超过 0.1°C 时,在试样冷却曲线上出现平稳段,即为停滞期,此时可停止试验。如无上述情况出现,可继续读数至 38°C 或低于凝固点 8°C ,即可停止试验,并判断为本方法不适用于该试样。

4 计算

计算第一次停滞期五个连续数的平均值,取至 0.05°C 。

5 精密度

重复测定两个结果之间最大差值不得超过 0.1°C 。

6 报告

取重复测定两个结果中较小值为试样熔点。

注:根据不同实验室统计试验结果,本方法为:

- ① 由同一操作者同一仪器,对同一试样,在规定的条件下,正确操作测得重复试验结果间的差值,经长期试验:在20次试验的差值中只有一次超过 0.1°C 。
- ② 由不同试验室不同操作者对同一试样,在规定的条件下,正确操作各自测得结果间的差值,经长期验证:在20次试验的差值中只有一次超过 0.5°C 。

附录 A
熔点温度计技术条件
(补充件)

半浸棒式	
温度范围	38 ~ 82℃;
最小分度	0.1℃;
长线分度	0.5℃;
刻字分度	1.0℃;
示值误差	最大0.1℃;
膨胀室允许加热温度	100℃;
浸入深度	79毫米;
全长	377 ± 5 毫米;
棒直径	6.0 ~ 7.0 毫米;
水银球长	18 ~ 28 毫米;
水银球直径	5.0 ~ 6.0 毫米;
水银球底至40℃线距离	{ 116 ~ 125 毫米; 315 ~ 325 毫米; 不大于41毫米。
水银球底至80℃线距离	
水银球至收缩室顶部距离	

附加说明:

本标准由中华人民共和国石油工业部提出。

本标准由抚顺石油炼制研究所起草。

本标准按国家标准第一号修改单进行了修改。