



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3710—2009  
代替 GB/T 3710—2005

## 工业酚、苯酚结晶点测定方法

Method of determination for crystallizing point  
of technical phenol and phenic acid

2009-07-08 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 3710—2005《工业酚、苯酚结晶点测定方法》。

本标准与 GB/T 3710—2005 相比主要变化如下：

- “规范性引用文件”中，“GB/T 1999 焦化产品轻油类取样方法”修改为“GB/T 1999 焦化油类产品取样方法”；
- “5.3 精密温度计”中，温度范围由“10℃～50℃”改为“0℃～50℃”；
- “5.4 温度计”改为“5.4 外露补正温度计”；
- “5.5 温度计：温度范围 0℃～100℃，分刻度 1℃”后增加“(YB/T 2305 中的 COK26C)”。

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：宝钢集团上海梅山有限公司南京化工分公司、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：陆辉、程亚平、赵敏伦、何选明、秦瑾、张少春、孙伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 3710—1983、GB/T 3710—2005。

## 工业酚、苯酚结晶点测定方法

### 1 范围

本标准规定了工业酚、苯酚结晶点测定的原理、试剂、仪器、试样的采取、试验步骤、结果计算和精确度。

本标准适用于高温煤焦油中的粗酚,经分馏所制得的工业酚、苯酚结晶点的测定。

### 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。

GB/T 1999 焦化油类产品取样方法

YB/T 2305 焦化产品试验用温度计

### 3 原理

工业酚、苯酚冷却时,温度逐渐下降,到一定温度时就开始有结晶体出现,由于放出结晶热,使温度稍有回升,达到最高点,并稳定片刻,然后继续下降,测量该最高点温度即为结晶点。

### 4 试剂

分子筛:4A,粉状,粒度 $\leq 125\ \mu\text{m}$ (目数 $\geq 120$ 目)。使用前在 $450\ ^\circ\text{C}\sim 500\ ^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧2 h,保存于无干燥剂的干燥器内。

### 5 仪器

5.1 结晶点测定仪:见图1。

5.1.1 内管:内径 $22\ \text{mm}\pm 1\ \text{mm}$ ,长 $155\ \text{mm}\pm 2\ \text{mm}$ 。

5.1.2 外管:内径 $40\ \text{mm}\pm 2\ \text{mm}$ ,长 $145\ \text{mm}\pm 2\ \text{mm}$ 。

5.1.3 搅拌器:由直径 $1\ \text{mm}\sim 2\ \text{mm}$ 不锈钢丝绕成外径为 $18\ \text{mm}$ 的三圈螺旋体,并引出一个把手。

5.2 恒温槽:1 000 mL 高型烧杯。

5.3 精密温度计:温度范围 $0\ ^\circ\text{C}\sim 50\ ^\circ\text{C}$ ,分刻度为 $0.1\ ^\circ\text{C}$ (YB/T 2305 中的 COK2C)。

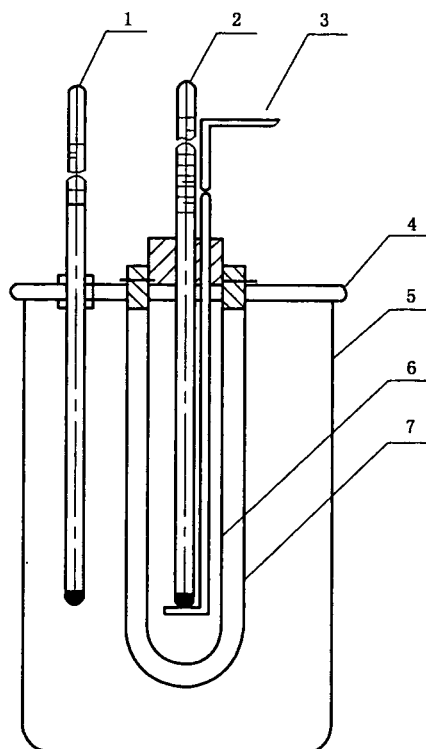
5.4 外露补正温度计:温度范围 $0\ ^\circ\text{C}\sim 50\ ^\circ\text{C}$ ,分刻度 $1\ ^\circ\text{C}$ (YB/T 2305 中的 COK23C)。

5.5 温度计:温度范围 $0\ ^\circ\text{C}\sim 100\ ^\circ\text{C}$ ,分刻度 $1\ ^\circ\text{C}$ (YB/T 2305 中的 COK26C)。

5.6 放大镜:5 倍。

### 6 试样的采取

试样的采取按 GB/T 1999 规定进行。



- 1——温度计；  
 2——精密温度计；  
 3——搅拌器；  
 4——盖板；  
 5——烧杯；  
 6——内管；  
 7——外管。

图 1 结晶点测定仪

## 7 试验步骤

7.1 在干燥洁净的内管中加入 60℃ 左右熔化的试样 20 mL，再加入 3 g 分子筛，用软木塞塞住内管，在保持试样熔化状态下剧烈振荡 5 min~10 min。如果试样凝固，应加热熔化。

7.2 装上搅拌器及精密温度计(5.3)，用软木塞将精密温度计固定于内管的中心，使水银球底部距内管底部约 20 mm，并在精密温度计旁附着一支温度计(5.4)。搅拌冷却，预测结晶点。

7.3 再将试管内容物加热至温度比预测结晶点高约 5℃，使试样熔化，但在管壁上应保留少许结晶作为晶种。控制水浴温度比预测结晶点低 5℃~10℃。缓慢搅拌试样(每分钟 10 次~15 次)，待温度逐渐下降到比预测结晶点低 0.5℃ 时，将管壁上的晶种用搅拌器擦下，用放大镜仔细观察温度变化。此时，温度开始回升，当温度达到最高点并停留 1 min 以上时，该最高点温度即为结晶点。读记此温度(读至 0.01℃)，同时记下精密温度计水银柱外露部分中段附近的温度。如果无温度回升或温度回升超过 1℃，则此次试验作废，应重新测定。

## 8 结果计算

观察所记的结晶点温度按下式进行校正：

$$t = t_0 + \Delta t_1 + \Delta t_2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\Delta t_2 = 0.000\,16H \times (t_0 - t_B) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$t$ ——校正后的试样结晶点，单位为摄氏度(℃)；

$t_0$ ——观察所得温度，单位为摄氏度(℃)；

$\Delta t_1$ ——精密温度计本身的校正值，按鉴定书进行校正，单位为摄氏度(℃)；

$\Delta t_2$ ——精密温度计水银柱外露部分的温度校正值，单位为摄氏度(℃)；

$t_B$ ——用温度计(5.4)测定的精密温度计水银柱外露部分中段附近的温度，单位为摄氏度(℃)；

$H$ ——精密温度计软木塞上外露部分的水银柱高度，以度数的数值表示，单位为摄氏度(℃)。

## 9 精密度

两次测定的误差不得超过表 1 的允许值。

表 1 精密度

产品名称	重复性 $r$ /℃	再现性 $R$ /℃
苯酚	0.10	0.15
工业酚	0.20	0.30

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
工业酚、苯酚结晶点测定方法  
GB/T 3710—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](http://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

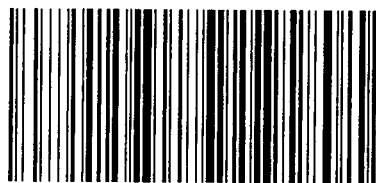
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字  
2009年10月第一版 2009年10月第一次印刷

\*

书号: 155066 · 1-38850 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 3710-2009