

# Stanovení bodu krystalizace

---

## Teoretický úvod

**Bod krystalizace** je teplota vzorku, při které se v celé vrstvě vzorku začnou vylučovat krystalky parafínů.

**Bod tuhnutí** je teplota, při níž je zkoumaná látka za podmínek stanovených normou již natolik pevná, že přestane téci. Teplota přeměny jednoho skupenství ve druhé je závislá na chemickém složení a čistotě měřené látky. U chemicky čistých látek s nízkou molekulovou hmotností je přechod ostrý. U technických výrobků, které jsou směsí látek, dochází k přeměně v intervalu několika stupňů.

Body krystalizace a tuhnutí jsou významnými parametry popisující nízkoteplotní chování surové ropy, topných olejů, mazacích olejů a motorové nafty.

## Postup

### Stanovení bodu krystalizace:

Bod krystalizace je teplota vzorku, při které se v celé vrstvě vzorku začnou vylučovat krystalky.

1. Do skleněné zkumavky odlijte takové množství, aby byl ponořen teploměr.
2. Zkumavku se vzorkem zasuňte do širší zkumavky tak, aby mezi oběma zkumavkami byl stejnoměrný vzdušný plášť.
3. Zkumavky ponořte do chladicí alkoholové lázně, která je ochlazována vhašováním suchého ledu (tuhý oxid uhličitý). Lázeň ochlazujte na teplotu o 16 až 20 °C nižší než je teplota vzorku.
4. Před očekávaným bodem krystalizace zkumavky vyjměte z lázně a proti světlu pozorujte, zda se ve vzorku nevylučují krystalky. Doba vyjmutí zkumavek z lázně nesmí přesáhnout 12 vteřin.
5. Jestliže se krystalky nevylučují, ponořte zkumavky zpět do lázně. Toto pozorování opakujte po každém ochlazení vzorku o 1 °C.

Jestliže vylučování krystalků nenastane do teploty -60 °C, dále vzorek neochlazujte a do protokolu uveďte, že teplota krystalizace je nižší než -60 °C.

### Stanovení bodu tuhnutí:

Bod tuhnutí se stanovuje obdobně jako bod krystalizace. Stanovení bodu tuhnutí se provádí tak, že se teplota postupně snižuje a opakovaně se zkoumá, zda je vzorek kapalný. Přesný postup stanovení je normován.

1. Vzorek dále ochlazujte. Lázeň musí mít během měření teplotu o 5 až 6 °C nižší, než je teplota vzorku.
2. Před očekávaným bodem tuhnutí vyjměte po každém ochlazení vzorku o 2 °C zkumavku se vzorkem z lázně a nakloňte vzorek do vodorovné polohy. Toto vyjmutí nesmí být delší než 5 vteřin.

Hledaný bod tuhnutí je teplota, při které se ve zkumavce nakloněné do vodorovné polohy hladina ztuhlého vzorku nepohne po dobu 5 vteřin. Bod tuhnutí se měří maximálně do teploty -70 °C.

3. V lázni s obyčejným ledem (z vody) nastolte podmínky rovnováhy mezi kapalnou a pevnou fází a změřte teplotu. Tato teplota by měla být 0 °C. Případnou odlišnou hodnotou na teploměru korigujte výsledky měření.

Do protokolu uveďte stručný postup, očekávané a naměřené hodnoty.