

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**ПРОДУКТЫ ХИМИЧЕСКИЕ ОРГАНИЧЕСКИЕ****Методы определения температуры кипения****ГОСТ
18995.6—73**

Organic chemical products.
Methods for determination of boiling point

МКС 71.080.01
71.100.01
ОКСТУ 2609

Дата введения 01.07.74

Настоящий стандарт распространяется на органические химические продукты (реактивы, особо чистые вещества и технические продукты) и устанавливает методы определения температуры кипения.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ КИПЕНИЯ ПО ПАВЛЕВСКОМУ**1.1. Аппаратура**

Прибор для определения температуры плавления с жидким теплоносителем.

Барометр ртутный или барометр-анероид.

Лупа по ГОСТ 25706.

Секундомер или часы песочные на 1 мин.

Термометры ртутные укороченные (до 300 мм) с ценой деления 0,1 и 0,2 °C с установленной температурной поправкой. Для интервала температур свыше 175 °C допускается использование термометров с ценой деления 0,5 °C с установленной температурной поправкой.

Теплоносители по ГОСТ 18995.4.

1.2. Проведение испытания

В пробирку прибора помещают 1–1,5 см³ испытуемой жидкости (туда же помещают небольшой кусочек прокаленного, пористого, неглазуренного фарфора или маленькие запаянные с одной стороны стеклянные капилляры) и укрепляют в ней при помощи корковой пробки термометр так, чтобы ртутный резервуар находился на высоте 2 см над уровнем жидкости в пробирке. В колбу прибора наливают жидкий теплоноситель так, чтобы уровень его был выше уровня жидкости в пробирке и нагревают. За 10–15 °C до предполагаемой температуры кипения скорость нагрева уменьшают до 2 °C в минуту. При дальнейшем нагревании температура повышается и, достигнув определенной точки, некоторое время остается постоянной.

За температуру кипения принимают наблюдаемую постоянную температуру, приведенную к нормальному давлению с учетом поправок по ГОСТ 18995.7.

Если испытуемая жидкость легколетучая или разлагается при нагревании, то колбу с жидким теплоносителем следует предварительно без препарата нагреть до 10–15 °C ниже предполагаемой температуры кипения.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не должно превышать расхождение, равное 0,1 °C.

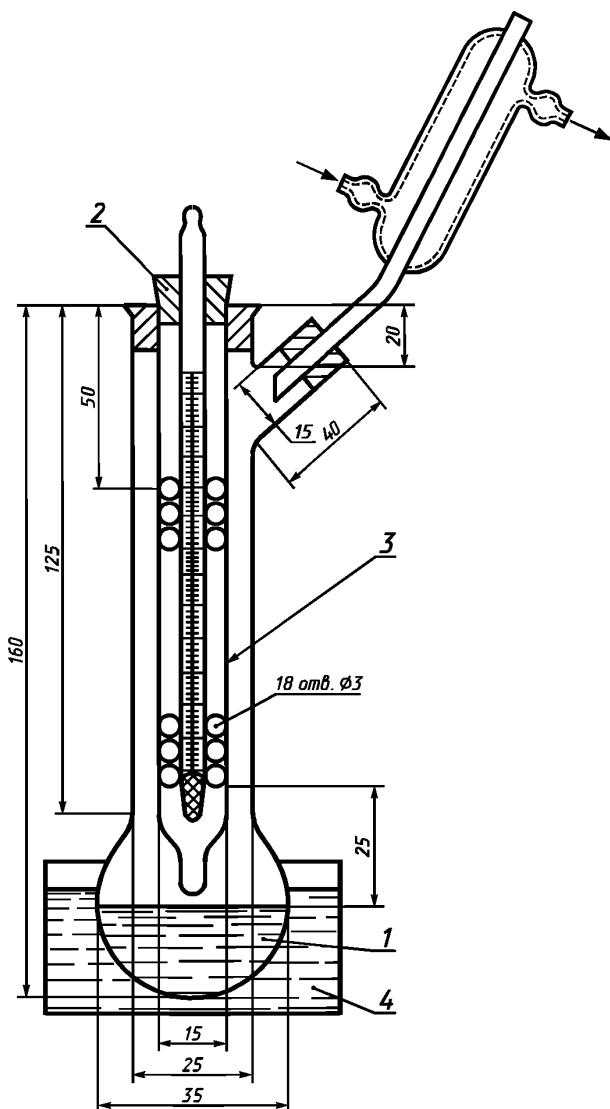
Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,5 °C при доверительной вероятности $P = 0,95$.

1.1, 1.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ КИПЕНИЯ В ПРИБОРЕ, ИЗОБРАЖЕННОМ НА черт. 1

2.1. Аппаратура

Прибор для определения температуры кипения (черт. 1), состоящий из круглодонной колбы 1 с отростком, к которому присоединяют с помощью корковой пробки или на шлифе обратный холодильник. В колбу вставляют с помощью корковой пробки или шлифа насадку 3 с отверстиями, а в нее помещают термометр 2 на корковой пробке. Прибор помещают в баню 4 с жидким теплоносителем или обогревают электронагревателем с закрытой спиралью.



Черт. 1

Теплоносители по ГОСТ 18995.4.

Термометры ртутные калиброванные укороченные (до 300 мм) с ценой деления 0,1 и 0,2 °C с установленной температурной поправкой. Для интервала температур выше 175 °C допускается использование термометров с ценой деления 0,5 °C с установленной температурной поправкой.

С. 3 ГОСТ 18995.6—73

Холодильник по ГОСТ 25336.

Барометр ртутный или барометр-анероид.

2.2. Проведение испытания

10—15 см³ испытуемой жидкости помещают в колбу, на дне которой находится несколько капилляров, запаянных с одного конца, вставляют насадку с отверстиями так, чтобы расстояние от уровня жидкости до нижних отверстий в насадке было 25 мм. Внутрь насадки помещают термометр (см. черт. 1). При этом термометр должен полностью находиться в парах испытуемой жидкости, чем исключается необходимость внесения поправки на выступающий столбик ртути. Прибор соединяют с обратным холодильником.

При определении температур кипения ниже 170 °С через рубашку холодильника пропускают воду; для более высококипящих жидкостей применяют воздушное охлаждение.

Шарообразную часть колбы нагревают или на бане с жидким теплоносителем, или электробогревом. При этом пары испытуемой жидкости проходят через отверстия внутрь насадки и омывают термометр. Интенсивность нагрева регулируют так, чтобы количество капель, падающих с конца холодильника, было 60—80 в минуту.

За температуру кипения принимают наблюданную температуру, которая при данных условиях определения остается постоянной в течение 5—8 мин, приведенную к нормальному давлению с учетом поправок по ГОСТ 18995.7.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает расхождение, равное 0,2 °С.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,25 °С при доверительной вероятности $P = 0,95$.

2.1, 2.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ КИПЕНИЯ В ЭБУЛЛИОМЕТРЕ (наиболее точный метод для индивидуальных веществ с температурой кипения ниже 200 °С)

3.1. Аппаратура и реактивы

Эбулиометр (черт. 2), состоящий из резервуара 1, в который через отверстие 2 наливают испытуемую жидкость. К внутренней стенке резервуара припаяно толченое стекло для поддержания равномерного кипения жидкости. Нагрев резервуара осуществляется никромовой спиралью, подключенной к автоматическому трансформатору, или при помощи стеклянной кольцевой газовой горелки (черт. 3), которая охватывает нижнюю часть резервуара.

Интенсивность нагрева измеряют количеством капель, падающих в минуту со счетчика 4, размещенного в правой части прибора. Над счетчиком находится отверстие 3 для соединения с обратным холодильником. В верхней части прибора находится ячейка 5, представляющая собой впаянную в прибор пробирку, обвитую стеклянной спиралью. Ячейку заполняют ртутью и вставляют в нее с помощью корковой пробки термометр так, чтобы ртутный резервуар был полностью погружен в ртуть. Поверхность ртути покрывают слоем вазелинового масла, следя за тем, чтобы ртуть всегда находилась под слоем масла.

Все части прибора, за исключением счетчика капель и нижней части резервуара 1, обматывают асbestosвым шнуром во избежание охлаждения прибора. Все места соединений частей прибора должны быть пришлифованы. Прибор помещают в кожух.

Холодильник ХПТ1—1 по ГОСТ 25336.

Барометр ртутный или барометр-анероид.

Термометры ртутные калибранные, укороченные (до 300 мм) с ценой деления 0,1 и 0,2 °С с установленной температурной поправкой. Для интервала температур выше 175 °С допускается использование термометров с ценой деления 0,5 °С с установленной температурной поправкой.

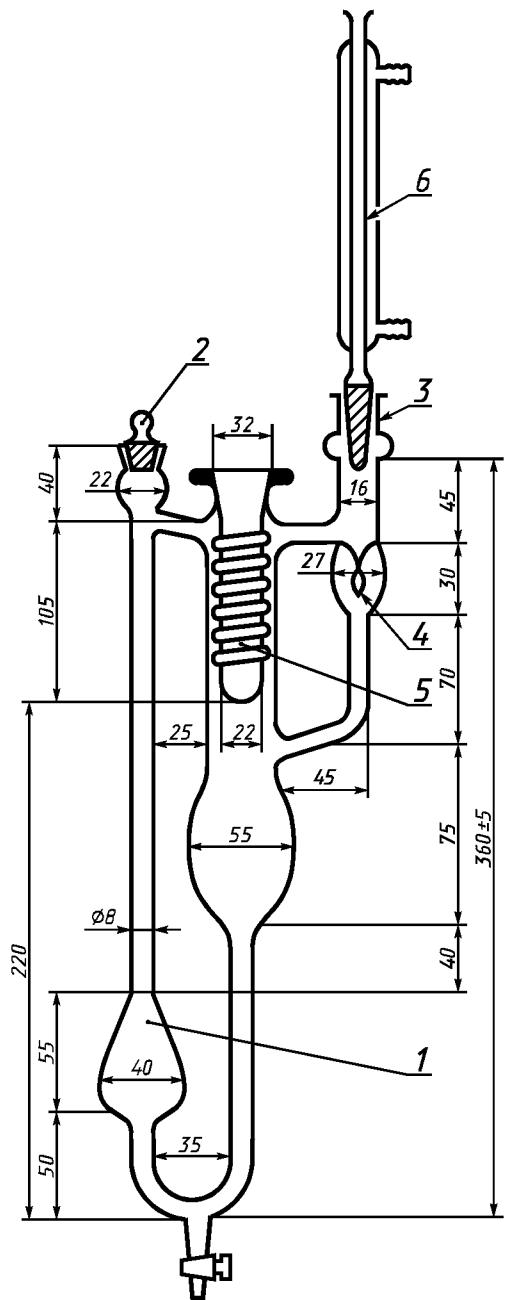
Ртуть по ГОСТ 4658.

Масло вазелиновое медицинское по ГОСТ 3164.

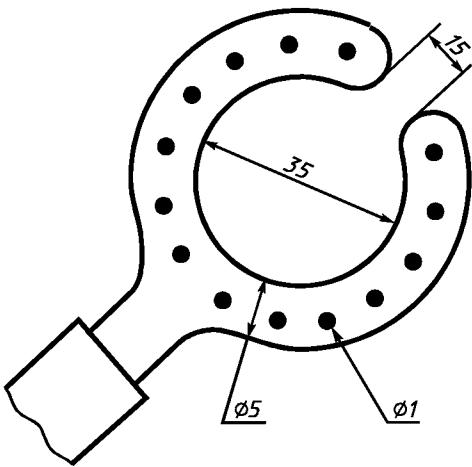
(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проведение испытания

В прибор через отверстие 2 наливают 50 см³ испытуемой жидкости, закрывают притертой стеклянной пробкой, подводят воду в холодильник и начинают обогрев. Кипящая жидкость и ее пары омывают ячейку и попадают на счетчик капель. Как только со счетчика начинают падать капли, нагрев регулируют так, чтобы в минуту падало 60—80 капель. После установления постоянной



Черт. 2



Черт. 3

скорости кипения температуру измеряют через каждые 2 мин. Наблюдение прекращают, когда последние пять измерений по своей величине совпадают.

За температуру кипения принимают наблюдаемую постоянную температуру, приведенную к нормальному давлению с учетом поправок по ГОСТ 18995.7.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает расхождение, равное $0,1^{\circ}\text{C}$.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,13^{\circ}\text{C}$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

П р и м е ч а н и е. При использовании термометров с ценой деления $0,5^{\circ}\text{C}$ в интервале температур свыше 175°C для всех методов определения допускаемые расхождения между результатами параллельных определений и допускаемую суммарную погрешность указывают в нормативно-технической документации на испытуемый продукт.

С. 5 ГОСТ 18995.6—73

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

- 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической промышленности СССР**
- 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17.07.73 № 1741**
- 3. ВЗАМЕН ГОСТ 9884—61 в части разд. 6**
- 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3164—78	3.1
ГОСТ 4658—73	3.1
ГОСТ 18995.4—73	1.1, 2.1
ГОСТ 18995.7—73	1.2, 2.2, 3.2
ГОСТ 25336—82	2.1, 3.1
ГОСТ 25706—83	1.1

- 5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**
- 6. ИЗДАНИЕ (август 2009 г.) с Изменением № 1, утвержденным в январе 1988 г. (ИУС 8—88)**