МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 18995.5— 2022

ПРОДУКТЫ ХИМИЧЕСКИЕ ОРГАНИЧЕСКИЕ

Методы определения температуры кристаллизации

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский институт химических реактивов и особо чистых химических веществ Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт» — ИРЕА)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 29 апреля 2022 г. № 150-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 сентября 2022 г. № 997-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 18995.5—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2023 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 18995.5—73

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения. 2
4 Сущность методов 2
5 Отбор и подготовка проб 2
6 Общие требования 2
7 Аппаратура и реактивы 3
8 Определение температуры кристаллизации 6
9 Определение температуры кристаллизации графическим методом (по кривой охлаждения) 8
10 Обработка результатов 9

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 кристаллизации

Organic chemical products.
Methods for determination of solidification point

Дата введения — 2023—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на органические химические продукты (реактивы, особо чистые продукты и технические продукты, кроме бензола) и устанавливает методы определения температуры кристаллизации в диапазоне от минус 50 °С до плюс 250 °С.

Диапазон определяемых температур кристаллизации следующий:

от минус 30 °С до плюс 150 °С в приборе Баумана-Фрома;

от минус 10 °С до плюс 140 °С в приборе Жукова;

от минус 50 °С до плюс 250 °С в приборе, состоящем из двух пробирок.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 6259 Реактивы. Глицерин. Технические условия

ГОСТ 12162 Двуокись углерода твердая. Технические условия

ГОСТ 15866 Жидкость кремнийорганическая ПФМС-4. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 27025 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **температура кристаллизации** (solidification point): Экспериментально определяемая температура, при которой жидкая фаза продукта находится в приблизительном равновесии с относительно небольшим количеством твердой фазы.

4 Сущность методов

Сущность методов заключается в наблюдении за изменением температуры охлаждаемой жидкой или расплавленной пробы испытуемого продукта во времени и установлении температуры кристаллизации. За температуру кристаллизации принимают значение максимальной температуры в процессе охлаждения после появления твердой фазы.

5 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовку проб производят по нормативно-технической документации на испытуемый продукт.

6 Общие требования

6.1 Общие указания по проведению испытаний — по ГОСТ 27025.

6.2 Условия определения температуры кристаллизации продуктов, обладающих специфическими свойствами (гигроскопичностью и др.), устанавливают в нормативно-технической документации на конкретный продукт.

6.3 Перед испытанием легкоразлагающихся продуктов следует проверить степень разложения продукта при расплавлении. Для этого повторяют определение температуры кристаллизации, не вынимая пробу из пробирки. Если полученные результаты совпадают, степень разложения продукта не учитывают.

6.4 Температуру кристаллизации определяют по температурной остановке (прекращение изменения и выход температуры на плато) или графическим методом в соответствии с 9.

6.5 При определении температуры кристаллизации продукта, способного переохлаждаться, его температура сначала понижается ниже предполагаемой температуры кристаллизации, затем самопроизвольно повышается (в этот момент прекращают перемешивание) и, достигнув определенного максимума, остается на этом уровне в течение некоторого времени, а затем снова начинает понижаться.

Минимальная температура перед началом самопроизвольного ее повышения не должна отличаться от найденной температуры кристаллизации более чем на 3 °С.

За температуру кристаллизации в данном случае принимают высшую точку подъема температуры.

6.6 При определении температуры кристаллизации непереохлаждающихся продуктов, с момента начала кристаллизации понижение температуры прекращается, и температура остается постоянной в течение некоторого времени (в этот момент также прекращают перемешивание) и, не повышаясь, снова начинает понижаться.

За температуру кристаллизации в этом случае принимают температуру, сохраняющуюся в течение процесса кристаллизации.

6.7 По окончании определения прибор (внутреннюю пробирку) промывают растворителем, в котором растворяется испытуемый продукт, и сушат в сушильном шкафу.

6.8 Если образец остается жидким при температуре более чем на 3 °С ниже предполагаемой температуры кристаллизации, испытание повторяют, используя свежую порцию продукта. Когда температура жидкости будет чуть ниже предполагаемой температуры кристаллизации, добавляют «затравку» (кристаллик испытуемого продукта) и вызывают кристаллизацию трением мешалки о стенки пробирки.

6.9 При испытании жидких продуктов «затравку» готовят сильным охлаждением небольшой порции продукта.

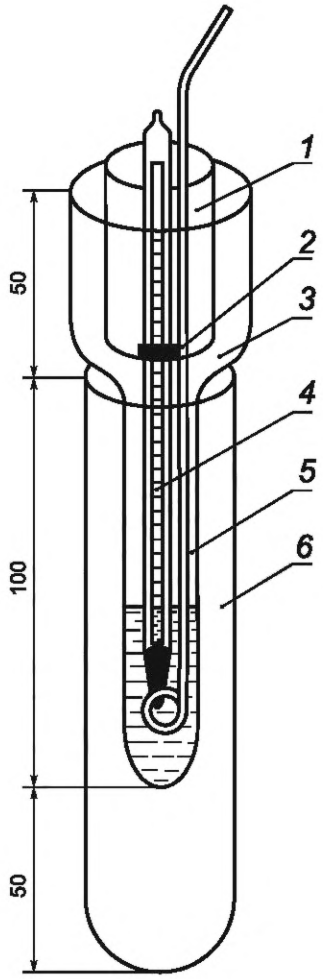
6.10 Если продукт существует в нескольких полиморфных формах, «затравка» должна представлять собой наиболее стабильную модификацию (т. е. форму, имеющую наивысшую температуру кристаллизации).

7 Аппаратура и реактивы

7.1 Прибор Баумана-Фрома (см. рисунок 1), состоящий из следующих частей: стеклянного толстостенного цилиндрического сосуда *3*, с нижней частью диаметром 20 мм, верхней — диаметром 50 мм. В верхнюю часть сосуда помещают насадку *1* (в виде стаканчика), на дне которой имеются два круглых отверстия: для термометра *4* и мешалки *5*.

Термометр и мешалку закрепляют в отверстиях при помощи резиновых колец *2*. Цилиндрический сосуд с насадкой помещают в широкую пробирку *6* диаметром 40—45 мм.

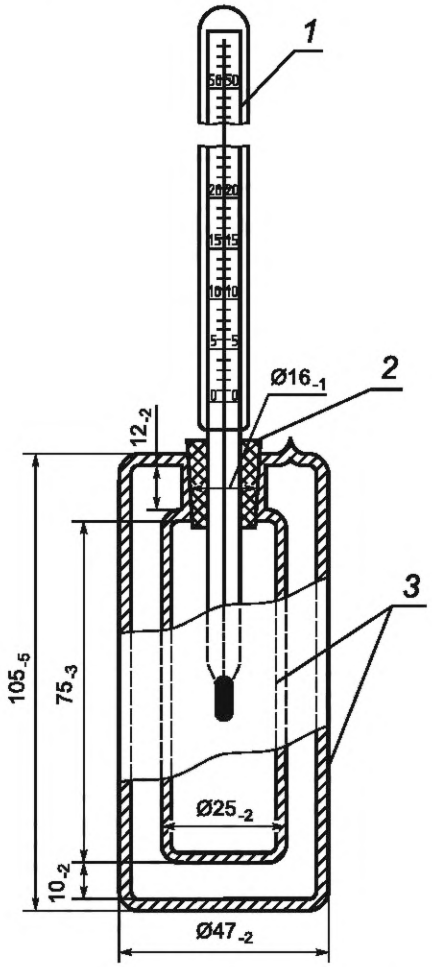
Вместо цилиндрического сосуда с насадкой допускается применять пробирку, снабженную корковой пробкой с отверстиями для термометра и мешалки.



1 — насадка; *2* — резиновое кольцо; *3* — сосуд; *4* — термометр; *5* — мешалка; *6* — пробирка

Рисунок 1 — Прибор Баумана-Фрома

7.2 Прибор Жукова (см. рисунок 2).

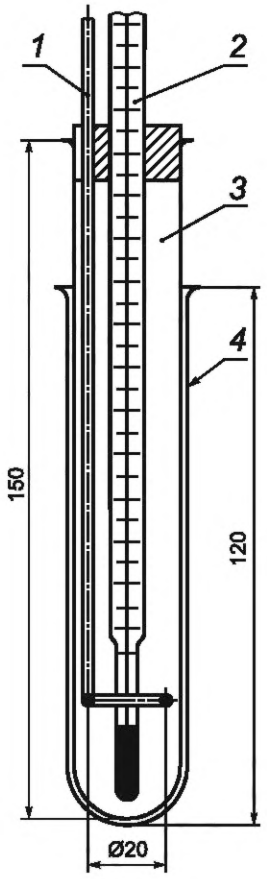


1 — термометр; *2* — пробка; *3* — сосуд Дьюара

Рисунок 2 — Прибор Жукова

7.3 Прибор, состоящий из двух пробирок (см. рисунок 3), — внутренней пробирки *3* с наружным диаметром около 25 мм и длиной около 150 мм (например, пробирка П1-16-150 ТС по ГОСТ 25336) и защитной пробирки *4* с внутренним диаметром не менее 28 мм, толщиной стенки 2 мм и длиной около 120 мм (например, пробирка П1-34-120 ТС по ГОСТ 25336). Во внутреннюю пробирку вставлена стеклянная или металлическая мешалка *1* с диаметром кольца не более 20 мм и термометр *2*.

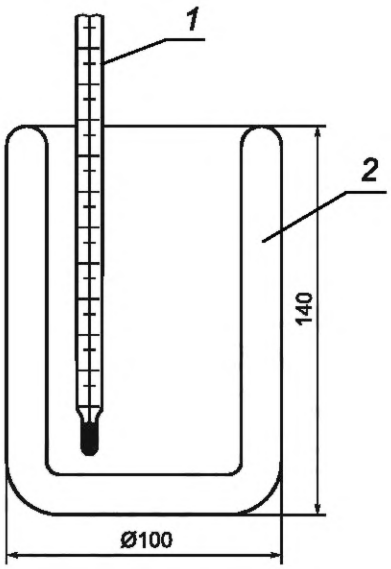
Для продуктов, температура кристаллизации которых варьируется от минус 50 °С до плюс 10 °С, допускается использование аппарата для определения температуры начала кристаллизации низкозамерзающих жидкостей, например АТКт-02, с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±1,5 °С.



1 — мешалка; *2* — термометр; *3* — пробирка; *4* — пробирка

Рисунок 3 — Прибор, состоящий из двух пробирок

7.4 Сосуд Дьюара с термометром (см. рисунок 4).



1 — термометр; *2* — сосуд Дьюара

Рисунок 4 — Сосуд Дьюара с термометром

7.5 Сосуд Дьюара (см. рисунок 5). Допускается поверхность внутренней стенки сосуда не покрывать серебром.

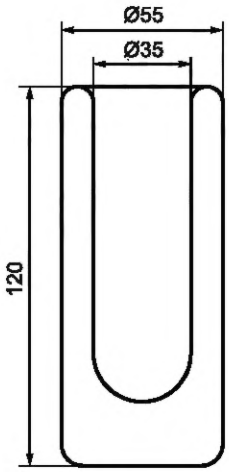


Рисунок 5 — Сосуд Дьюара

7.6 Допускается использование других приборов в соответствии с нормативно-технической документацией на испытуемый продукт.

7.7 Бани: охлаждающая и нагревательная.

7.8 Термометр ртутный стеклянный лабораторный укороченный с ценой деления 0,1 °С или 0,2 °С и установленной температурной поправкой. Допускается использование термометров с ценой деления 0,5 °С и установленной температурной поправкой.

7.9 Секундомер.

7.10 Глицерин по ГОСТ 6259.

7.11 Жидкость кремнийорганическая ПФМС-4 по ГОСТ 15866 (силиконовое масло).

7.12 Смеси для охлаждающей бани:

- вода со снегом или толченым льдом — для температуры до 0 °С;
- смесь из снега или толченого льда с поваренной солью в соотношении 10:3 — для температуры до минус 10 °С;
- смесь из снега или толченого льда, хлористого аммония по ГОСТ 3773 и поваренной соли в соотношении 10:2:4 — для температуры до минус 20 °С;
- смесь из ацетона по ГОСТ 2603 и твердой углекислоты по ГОСТ 12162 — для температуры до минус 30 °С (в ацетон постепенно прибавляют малыми порциями твердую углекислоту);
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, охлажденный до минус 50 °С при помощи криотермостата.

7.13 Шкаф сушильный или термостат.

7.14 Криотермостат, способный поддерживать температуру до минус 60 °С, с точностью поддержания температуры ±2 °С.

8 Определение температуры кристаллизации

8.1 Определение температуры кристаллизации в приборе Баумана-Фрома

При определении температуры кристаллизации в приборе Баумана-Фрома испытуемый продукт помещают в сухой и чистый цилиндрический сосуд прибора. При испытании твердого продукта его расплавляют при температуре на 10 °С — 15 °С выше предполагаемой температуры кристаллизации.

Слой расплавленного или жидкого продукта должен быть высотой от 25 до 30 мм. В сосуд с расплавленным продуктом помещают термометр и мешалку, которые после расплавления продукта не должны касаться дна и стенок цилиндрического сосуда, а ртутный резервуар термометра должен находиться в середине слоя продукта.

Сосуд с испытуемым продуктом протирают снаружи и вставляют в широкую пробирку, закрепленную на штативе.

Испытуемый продукт в приборе охлаждают на воздухе или погружением его в охлаждающую баню, при этом жидкость осторожно перемешивают в цилиндрическом сосуде мешалкой, не касаясь дна и стенок прибора. Температура охлаждающей бани должна быть на 5 °С — 10 °С ниже предполагаемой температуры кристаллизации испытуемого продукта.

При образовании конденсата на пробирке, когда ее вынимают из охлаждающей бани, пробирку протирают перед наблюдением за кристаллизацией. Изменение температуры наблюдают через каждые 30 с. Температура сначала равномерно понижается, затем при появлении кристаллов немного повышается и на короткое время остается постоянной, затем снова равномерно понижается. В момент кристаллизации перемешивание испытуемой пробы прекращают.

Повышение температуры более чем на 1 °С означает нежелательное переохлаждение пробы. В таком случае определение повторяют, увеличив скорость перемешивания или добавив несколько кристаллов «затравки» в начале процесса кристаллизации. Температуру кристаллизации продукта определяют в соответствии с 6.4—6.10.

8.2 Определение температуры кристаллизации в приборе Жукова

8.2.1 При проведении определения температуры кристаллизации в приборе Жукова расплавленный продукт помещают в подогретый сухой и чистый прибор, заполняя его на 3/4 высоты, и закрывают корковой или резиновой пробкой со вставленным в неё термометром. Ртутный резервуар термометра должен находиться в середине слоя расплавленного продукта. Прибор предварительно нагревают в термостате при температуре на 10 °С — 15 °С выше предполагаемой температуры кристаллизации испытуемого продукта. При определении температуры кристаллизации, превышающей комнатную температуру более чем на 10 °С, прибор с расплавленным продуктом оставляют на воздухе. При определении более низких температур кристаллизации прибор погружают в охлаждающую баню с температурой примерно на 10 °С ниже температуры кристаллизации испытуемого продукта. Расплавленный продукт осторожно перемешивают термометром, не касаясь дна и стенок прибора до тех пор, пока продукт не начнет кристаллизоваться (продукт кристаллизуется без переохлаждения), или температура продукта не будет на 2 °С — 3 °С ниже предполагаемой температуры кристаллизации (продукт способен переохлаждаться). Если при этом кристаллизация не начинается, то добавляют «затравку», как указано в 6.8.

8.2.2 Изменение температуры наблюдают через каждые 30 с. Температура сначала равномерно понижается, затем при появлении кристаллов немного повышается и на короткое время остается постоянной, затем снова равномерно понижается. С момента прекращения понижения температуры или начала ее подъема перемешивание прекращают.

8.2.3 Температуру кристаллизации продукта определяют в соответствии с 6.4—6.10.

8.2.4 При повторном определении температуры кристаллизации прибор промывают, сушат и применяют новую порцию продукта.

8.3 Определение температуры кристаллизации в приборе, состоящем из двух пробирок

8.3.1 Жидкую или расплавленную пробу, подогретую на 5 °С — 10 °С выше ожидаемой температуры кристаллизации, заливают во внутреннюю пробирку до 60 мм. При ограниченном количестве пробы допускается заполнение пробирки до 35—40 мм. Допускается расплавлять пробу непосредственно в приборе и при температуре на 20 °С выше предполагаемой температуры кристаллизации.

В заполненную пробирку опускают мешалку и термометр так, чтобы нижний край ртутного резервуара был на 15 мм выше дна, а термометр и мешалка не касались дна и стенок пробирки. Затем внутреннюю пробирку с помощью корковой или резиновой пробки укрепляют в защитной пробирке.

При использовании аппарата для определения температуры начала кристаллизации испытания проводят по инструкции, прилагаемой к прибору.

8.3.2 Для определения температуры кристаллизации в диапазоне от комнатной температуры до минус 35 °С собранный прибор опускают в сосуд Дьюара или баню, заполненную охладительной смесью с температурой на 3 °С — 5 °С ниже ожидаемой температуры кристаллизации.

8.3.3 Для определения температуры кристаллизации в диапазоне от комнатной температуры до 100 °С собранный прибор опускают в сосуд Дьюара или нагревательную баню, заполненную теплоносителем, температура которого на 5 °С — 10 °С ниже ожидаемой температуры кристаллизации.

8.3.4 Для определения температуры кристаллизации в диапазоне от 100 °С до 250 °С собранный прибор опускают в нагревательную баню, заполненную теплоносителем, температура которого на 5 °С—10 °С ниже ожидаемой температуры кристаллизации.

8.3.5 Пробу охлаждают, перемешивая мешалкой (перемешивание осуществляется с изменением высоты погружения) со скоростью 30—60 движений в минуту, и записывают изменение температуры через каждые 30 с. Температура сначала равномерно понижается, затем при появлении кристаллов немного повышается и на короткое время остается постоянной, затем снова равномерно понижается. В момент кристаллизации перемешивание испытуемой пробы прекращают.

8.3.6 Повышение температуры более чем на 1 °С означает нежелательное переохлаждение пробы. В таком случае определение повторяют, увеличив скорость перемешивания или добавив несколько кристаллов «затравки» в начале процесса кристаллизации.

8.3.7 Температуру кристаллизации продукта определяют в соответствии с 6.4—6.10.

9 Определение температуры кристаллизации графическим методом (по кривой охлаждения)

Для установления зависимости температуры охлаждения от времени строят кривую охлаждения (см. рисунок 6*а*, *б*, *в*, *г*).

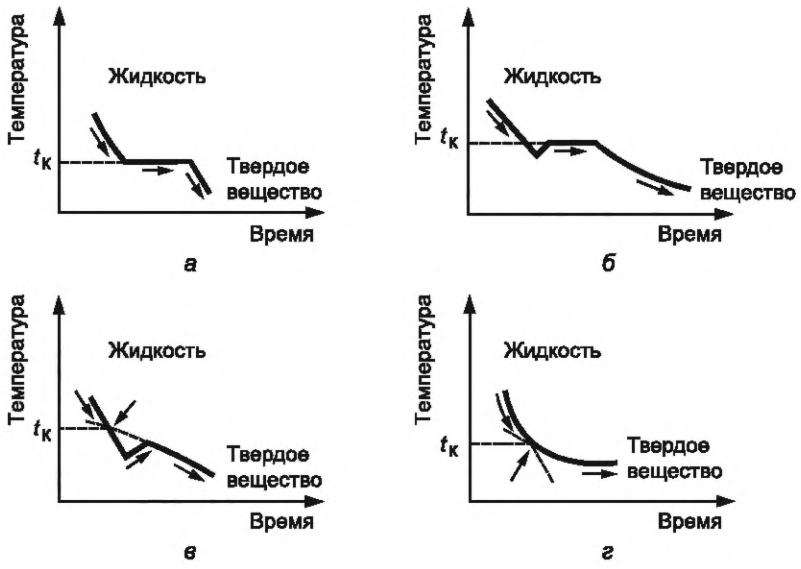


Рисунок 6 — Кривые охлаждения

Определение проводят по 8. При этом записывают показания термометра в течение процесса охлаждения через каждые 0,5 мин. Производят не менее десяти измерений.

После этого по данным строят кривую охлаждения, откладывая по оси абсцисс время в минутах, а по оси ординат — температуру в градусах Цельсия. Если температура понижается и затем остается постоянной в течение девяти последовательных измерений, то за температуру кристаллизации принимают температуру, соответствующую горизонтальному участку кривой (согласно рисунку 6*а*).

Если продукт кристаллизуется с переохлаждением (не более 2 °С — 3 °С), то за температуру кристаллизации принимают температуру, соответствующую горизонтальному участку кривой после повышения температуры (см. рисунок 6*б*).

Если на протяжении первых десяти отсчетов после повышения температуры не будет получена постоянная температура, то температуру кристаллизации определяют графической экстраполяцией, продолжая прямую, соединяющую первую, вторую, девятую и десятую точки отсчета влево до пересечения с линией охлаждения жидкости (согласно рисунку 6*в, г*).

Чем чище продукт, тем выше уровень площадки по оси ординат и тем меньше угол наклона ее к горизонтали. При значительных количествах примесей горизонтальный участок экспериментальной кривой будет гораздо короче или его совсем не будет. Допускается для технических продуктов наличие

нескольких горизонтальных участков экспериментальной кривой. В этом случае за температуру кристаллизации принимают температуру верхнего горизонтального участка.

10 Обработка результатов

10.1 При определении температуры кристаллизации в приборах Баумана-Фрома и Жукова с использованием всех типов термометров за температуру кристаллизации принимают температуру, установленную в соответствии с 6.5, 6.6, 8.1 и 8.2 настоящего стандарта.

10.2 При определении в приборе, состоящем из двух пробирок, температуру кристаллизации, T, °С, вычисляют по формуле

$$T = t + 0{,}00016(t - t_1) \cdot h,$$

где t — температура кристаллизации, определенная графическим методом или по температурной остановке, °С;

t_1 — средняя температура выступающего над уровнем продукта столбика ртути, °С;

h — высота столбика ртути термометра, выступающего над уровнем продукта, °С;

0,00016 — коэффициент расширения ртути.

10.3 За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,2 °С для термометров с ценой деления 0,1 °С и 0,2 °С и 1 °С для термометров с ценой деления 0,5 °С.

При проведении определений в других приборах допускаемые абсолютные расхождения между результатами параллельных определений указывают в нормативно-технической документации на испытуемый продукт.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ±0,2 °С для термометров с ценой деления 0,1 °С и 0,2 °С и ±1 °С для термометров с ценой деления 0,5 °С при доверительной вероятности P = 0,95.

УДК 543.5:006.354 МКС 71.040.50

Ключевые слова: органические химические продукты, определение температуры кристаллизации

Редактор *Т.Н. Магала*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *С.В. Смирнова*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 27.09.2022. Подписано в печать 06.10.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,58.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru