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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33420— 2015

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, ПРЕДСТАВЛЯЮЩЕЙ ОПАСНОСТЬ ДЛЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Определение температуры кипения

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

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 ПОДГОТОВЛЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 339 «Безопасность сырья, материалов и веществ» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии международного документа, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 июля 2015 г. № 78-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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

(Поправка)

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 октября 2015 г. № 1609-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33420—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2016 г.

5 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному документу OECD, Test No. 103:1995 «Точка кипения» («Boiling point», MOD) путем изменения структуры. Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного документа приведено в дополнительном приложении ДА.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного документа для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ИЗДАНИЕ (май 2019 г.) с Поправкой (ИУС 2—2019)

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»

Стандартинформ, оформление, 2016, 2019

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 . . . 1
4 Общие положения . . . 1
5 Стандартные вещества . . . 2
6 Описание испытания . . . 2
6.1 Эбуллиометрия . . . 2
6.2 Динамический метод . . . 2
6.3 Дистилляционный метод . . . 2
6.4 Метод Сиволобова . . . 3
6.5 Определение с помощью фотодетектора . . . 3
6.6 Дифференциальный термический анализ (ДТА) . . . 4
6.7 Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК) . . . 4
7 Сравнение методов . . . 4
8 Данные и отчет о проведении испытания . . . 5
Приложение А (справочное) Перечень стандартов . . . 6
Приложение ДА (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного документа . . . 7
Библиография . . . 8

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

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ ХИМИЧЕСКОЙ ПРОДУКЦИИ, ПРЕДСТАВЛЯЮЩЕЙ ОПАСНОСТЬ ДЛЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Определение температуры кипения

Methods of test for chemicals of environmental hazard. Determination of the boiling point

Дата введения — 2016—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения температуры кипения жидких и низкоплавких веществ при условии, что исследуемые вещества не подвергаются химическим превращениям, например самоокислению, перегруппировке, деградации при температуре ниже температуры кипения.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 33033 Методы испытаний химической продукции, представляющей опасность для окружающей среды. Давление пара

ГОСТ 33454—2015 Методы испытаний химической продукции, представляющей опасность для окружающей среды. Определение температуры плавления/температурного интервала плавления

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 о 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 документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **нормальная температура кипения жидкости** (normal boiling point of a liquid): Температура, при которой давление пара жидкости равно нормальному атмосферному давлению 101,325 кПа.

4 Общие положения

4.1 Измерение температуры кипения, как правило, проводят при атмосферном давлении. Измерение при пониженном давлении пригодно для веществ с высокой температурой кипения и веществ, разлагающихся при повышенной температуре.

Издание официальное

4.2 Значение нормальной температуры кипения устанавливают путем расчета, используя уравнение Клапейрона — Клаузиуса. Принимая, что теплота парообразования является постоянной в ограниченном диапазоне значений температуры вблизи нормальной температуры кипения, используют следующую форму указанного уравнения

$$\log p = \frac{\Delta H_v}{2{,}3RT} + \text{constant}, \quad (1)$$

где p — давление пара вещества, Па;

ΔH_v — теплота парообразования, Дж · моль$^{-1}$;

R — универсальная газовая постоянная, 8,314 Дж · моль$^{-1}$ · К$^{-1}$;

T — термодинамическая температура, К.

4.3 Единицей измерения температуры кипения в системе СИ является кельвин, К. Перевод значений температуры, выраженных в градусах Цельсия, в градусы Кельвина проводят по соотношению

$$T = t + 273{,}15, \quad (2)$$

где T — термодинамическая температура, К;

t — температура, °С.

4.4 Перед проведением испытания исследуемое вещество следует очистить от летучих примесей, поскольку они могут оказывать влияние на температуру кипения.

4.5 Основные принципы методов испытания приведены в [1] и [2].

5 Стандартные вещества

Использование стандартных веществ во всех случаях при испытании нового вещества не требуется. Перечень стандартных веществ, используемых для калибровки оборудования, представлен в стандартах, указанных в приложении А.

6 Описание испытания

6.1 Эбуллиометрия

6.1.1 Принцип метода

Эбуллиометрия — совокупность методов определения физико-химических характеристик исследуемого вещества, основанных на измерении повышения температуры кипения его растворов. Эбуллиометры предназначены для определения молекулярной массы по повышению температуры кипения. Эбуллиометры также подходят для точного определения температуры кипения. Раствор исследуемого вещества доводят в равновесных условиях при атмосферном давлении до кипения.

6.1.2 Оборудование

Описание прибора приведено в документе, указанном в А.4 приложения А.

6.2 Динамический метод

6.2.1 Принцип метода

Принцип данного метода заключается в измерении температуры повторной конденсации пара при кипячении с обратным холодильником во время кипения жидкости. Давление при проведении испытания может быть различным, и регистрируется температура кипения, соответствующая давлению 101,325 кПа.

6.2.2 Описание оборудования приведено в ГОСТ 33033.

6.3 Дистилляционный метод

6.3.1 Принцип метода

Жидкость перегоняют и измеряют температуру повторной конденсации пара и количество дистиллята.

6.3.2 Оборудование

Описание оборудования представлено в документе, указанном в А.9 приложения А.

6.4 Метод Сиволобова

6.4.1 Принцип метода

Пробу исследуемого вещества постепенно нагревают в трубке, погруженной в жидкую баню. Трубка с пробой соединена с термометром и имеет капилляр для определения температуры кипения, который запаян примерно на 1 см выше его нижнего конца (см. рисунок 1). При приближении к температуре кипения из нижнего открытого конца капилляра начинают быстро выделяться пузырьки воздуха. Температурой кипения считают показания термометра в тот момент, когда при моментальном охлаждении равномерная цепочка пузырьков обрывается и жидкость внезапно поднимается в капилляр.

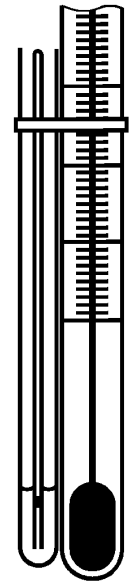


Рисунок 1 — Метод Сиволобова

6.4.2 Оборудование

Прибор для жидкой бани аналогичен прибору, представленному в ГОСТ 33454 (пункт 7.1) на рисунке 1, за исключением того, что буквой «Н» в данном случае будут обозначены трубка с пробой и капилляром. Трубка с пробой имеет диаметр примерно 5 мм. Капилляр запаян примерно на 1 см выше его нижнего конца. Запаянная часть капилляра должна находиться ниже уровня пробы.

6.4.3 Процедура испытания

Жидкость для бани выбирают с учетом предполагаемой температуры кипения исследуемого вещества. Для температур менее 573 К может использоваться силиконовое масло. Жидкий парафин может использоваться только для температур менее 473 К. Вначале баню нагревают со скоростью 3 К/мин. Содержимое бани необходимо перемешивать. При температуре примерно на 10 К ниже предполагаемой температуры кипения нагревание бани уменьшают таким образом, чтобы температура поднималась со скоростью менее 1 К/мин. При достижении температуры кипения пузырьки воздуха начинают быстро выходить из капилляра. Температурой кипения считают показания термометра в тот момент, когда при моментальном охлаждении равномерная цепочка пузырьков обрывается и жидкость внезапно поднимается в капилляр.

6.5 Определение с помощью фотодетектора

6.5.1 Принцип метода

Пробу исследуемого вещества нагревают в капилляре внутри нагреваемого металлического блока. Пучок света направляют через пробу на фотоэлемент. При достижении температуры кипения пузырьки, поднимающиеся в капилляре, приводят к снижению интенсивности света, достигающего фотоэлемента. Фотоэлемент посылает стоп-сигнал к цифровому индикатору, регистрирующему температуру, измеряемую термометром сопротивления, расположенным в блоке.

6.5.2 Оборудование

Прибор описан в ГОСТ 33454 (пункт 7.2).

6.6 Дифференциальный термический анализ (ДТА)

6.6.1 Принцип метода

Регистрируют разницу температуры исследуемого вещества и стандартного вещества, которые одновременно подвергаются идентичной контролируемой температурной программе. Когда исследуемое вещество проходит фазовый переход, то соответствующее изменение энтальпии приводит к эндотермическому отклонению от базовой линии регистрируемой термической кривой.

6.6.2 Оборудование и процедура испытания

Описание оборудования и процедуры испытания представлены в стандартах, указанных в приложении А.

6.7 Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)

6.7.1 Принцип метода

Пробы исследуемого вещества и стандартного вещества одновременно подвергаются воздействию идентичной контролируемой температурной программы. Регистрируется разница в потребляемой энергии, необходимой для поддержания одинаковых температур исследуемого вещества и стандартного вещества. Когда исследуемое вещество проходит фазовый переход, то соответствующее изменение энтальпии (эндотермическое) дает отклонение от базовой линии кривой теплового потока.

6.7.2 Оборудование и процедура испытания

Описание оборудования и процедуры испытания представлено в стандартах, указанных в приложении А.

7 Сравнение методов

7.1 Применимость и установленная точность различных методов приведены в таблице 1. Дополнительная информация представлена в стандартах, указанных в приложении А.

Таблица 1 — Характеристики методов определения температуры кипения

Метод	Установленная точность
Эбуллиометрия	±1,4 К (до 373 К) ±2,5 К (до 600 К)
Динамический метод	±0,5 К (до 600 К)
Дистилляционный метод	±0,5 К (до 600 К)
Метод Сиволобова	±2,0 К (до 600 К)
Фотодетектирование	±0,3 К (при 373 К)
Дифференциальный термический анализ	±0,5 К (до 600 К) ±2,0 К (до 1273 К)
Дифференциальная сканирующая калориметрия	±0,5 К (до 600 К) ±2,0 К (до 1273 К)
Примечание — Установленная точность метода эбуллиометрии относится к простому прибору, описанному в документе, указанном в А.4 приложения А. Усовершенствованные эбуллиометры имеют более высокую точность.	

7.2 Преимуществом методов с использованием фотодетектора и методов термического анализа является применение одинакового оборудования для определения температуры кипения и температуры плавления. Кроме того, методы могут быть легко автоматизированы. Динамический метод имеет преимущество, заключающееся также в возможности его применения для определения давления пара. Кроме того, при использовании динамического метода не требуется корректировать температуру кипения к нормальному давлению, поскольку во время испытания нормальное давление может быть установлено с помощью маностата.

8 Данные и отчет о проведении испытания

8.1 Обработка результатов

8.1.1 При небольшом отклонении от нормального атмосферного давления (максимум ±5 кПа) измеренная температура кипения может быть преобразована в нормальную температуру кипения T_n, К, с помощью соотношения Сидни Янга

$$T_n = T + (f_T \cdot \Delta p), \quad (3)$$

где Δp — разница между нормальным атмосферным давлением и давлением при проведении испытания (101,325 – p);

p — давление, кПа;

f_T — скорость изменения температуры кипения в зависимости от давления, К/кПа;

T — измеренная температура кипения, К.

8.1.2 Поправочные коэффициенты f_T и уравнения для их вычисления приведены в стандартах, указанных в приложении А. В таблице 2 приведены поправочные коэффициенты для растворителей, используемых для лакокрасочных материалов, в соответствии с документом, указанным в А.8 приложения А.

Таблица 2 — Значения поправочных коэффициентов f_T

Температура, К	f_T, К/кПа
323,15	0,26
348,15	0,28
373,15	0,31
398,15	0,33
423,15	0,35
448,15	0,37
473,15	0,39
498,15	0,41
523,15	0,44
548,15	0,45
573,15	0,47

8.2 Отчет о проведении испытания

Отчет о проведении испытания должен содержать следующую информацию:

- метод испытания;
- химическую идентификацию исследуемого вещества и примесей (предварительную стадию очистки, при проведении);
- установленную точность метода;
- температуру кипения (среднее значение для не менее двух измерений, находящихся в диапазоне установленной точности с указанием давления, при котором проводилось испытание, предпочтительно близким к нормальному давлению);
- всю информацию и примечания, относящиеся к интерпретации результатов, особенно в отношении примесей и физического состояния исследуемого вещества.

Приложение А
(справочное)

Перечень стандартов

А.1 ASTM E 472—86 Стандартная практика составления отчета о термоаналитических данных (Standard practice for reporting thermoanalytical data)

А.2 ASTM E 473—85 Стандартные определения терминов, относящихся к термическому анализу (Standard definitions of terms relating to thermal analysis)

А.3 ASTM E 573—76 Стандартный метод оценки термической стабильности химических веществ методами дифференциального термического анализа (Standard method for assessing the thermal stability of chemicals by methods of differential thermal analysis)

А.4 ASTM D 1120—72 Стандартный метод определения точки кипения машинных антифризов (Standard test method for boiling point of engine antifreezes)

А.5 BS 4349/68 Метод определения перегонки продуктов нефти (Method for determination of distillation of petroleum products)

А.6 BS 4591/71 Метод определения показателей перегонки органических жидкостей (Method for the determination of distillation characteristics of organic liquids)

А.7 DIN 51005:2005 Термический анализ (ТА) [Thermische Analyse (TA)]

А.8 DIN 53171:1991 Растворитель для краски, определение температуры кипения (Lösungsmittel für Anstrichstoffe, Bestimmung des Siedeverhaltens)

А.9 ISO 918:1983 Жидкости органические летучие технические. Определение дистилляционных характеристик (Volatile organic liquids for industrial use — Determination of distillation characteristics)

А.10 JIS K 00-66 Метод испытания перегонки химических продуктов (Test method for distillation of chemical products)

А.11 NF T 20-608 Дистилляция: определение производительности и дистилляции (Distillation: determination du rendement et de l'intervalle de distillation)

Приложение ДА
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного документа

Структура международного документа	Структура межгосударственного стандарта	Структура международного документа	Структура межгосударственного стандарта
1	—	16	6.4.1
2	4.1, 4.2	17	6.4.2
3	4.4	18	6.4.3
4	1	19	6.5.1
5	4.5	20	6.5.2
6	3.1	21	6.6.1
7	4.3	22	6.6.2
8	—	23	6.7.1
9	5	24	6.7.2
10	6.1.1	25	7.1
11	6.1.2	26	7.2
12	6.2.1	27	8.1.1
13	6.2.2	28	8.2
14	6.3.1	Литература	Библиография
15	6.3.2	Приложение (перечень стандартов)	Приложение А

Библиография

[1] Le Neindre B. and Vodar B., eds. (1975). Experimental Thermodynamics, Vol. II, Butterworths, London (Экспериментальная термодинамика)

[2] Weissberger R., ed. (1959). Technique of Organic Chemistry, Vol. I, Part I, Chapter VIII, Physical Methods of Organic Chemistry, 3rd ed., Interscience Publ., New York (Методы органической химии. Физические методы органической химии)

[3] Official Journal of the European Communities L 383 F, 15-21 (1992) (Официальный журнал Европейской комиссии)

УДК 658.382.3:006.354 МКС 13.020.01

Ключевые слова: химическая продукция, окружающая среда, точка кипения

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 14.05.2019. Подписано в печать 15.07.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

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

gost.e-ecolog.ru