УДК 661.7:536.423.1:006.354 Группа Л09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# 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 °С с установленной температурной поправкой. Для интервала температур свыше 175 °С допускается использование термометров с ценой деления 0,5 °С с установленной температурной поправкой.

Теплоносители по ГОСТ 18995.4.

### 1.2. Проведение испытания

В пробирку прибора помещают 1—1,5 $см^3$ испытуемой жидкости (туда же помещают небольшой кусочек прокаленного, пористого, неглазурованного 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 °С до предполагаемой температуры кипения скорость нагрева уменьшают до 2 °С 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 °С ниже предполагаемой температуры кипения.

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

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

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

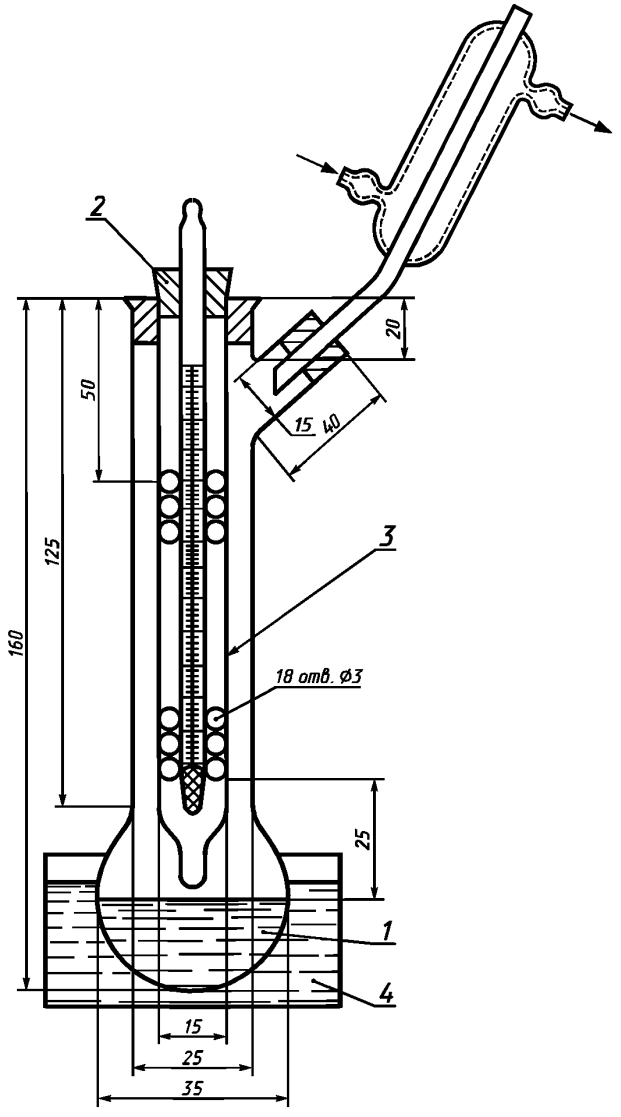


gost.e-ecolog.ru

## 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 °С с установленной температурной поправкой. Для интервала температур свыше 175 °С допускается использование термометров с ценой деления 0,5 °С с установленной температурной поправкой.

Холодильник по ГОСТ 25336.

Барометр ртутный или барометр-анероид.

**2.2. Проведение испытания**

10—15 см$^3$ 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 электрообогревом. 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 наблюдаемую 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**

Эбуллиометр (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 нихромовой 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*, помещенного 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 асбестовым 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 калиброванные, укороченные (до 300 мм) с ценой деления 0,1 и 0,2 °С с установленной температурной поправкой. Для интервала температур свыше 175 °С допускается использование термометров с ценой деления 0,5 °С с установленной температурной поправкой.

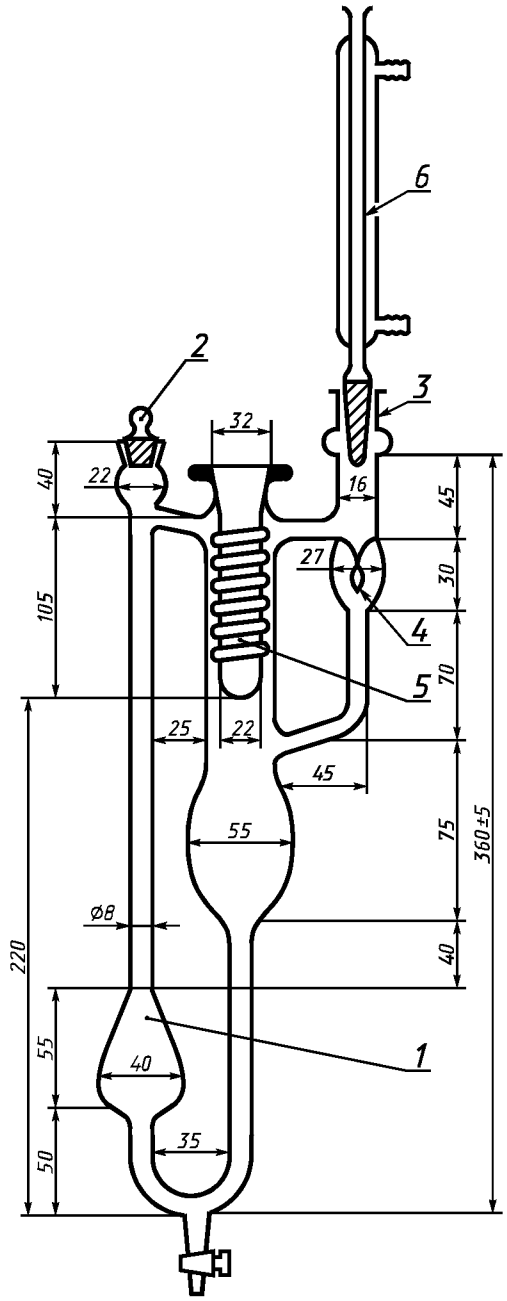
Ртуть по ГОСТ 4658.

Масло вазелиновое медицинское по ГОСТ 3164.

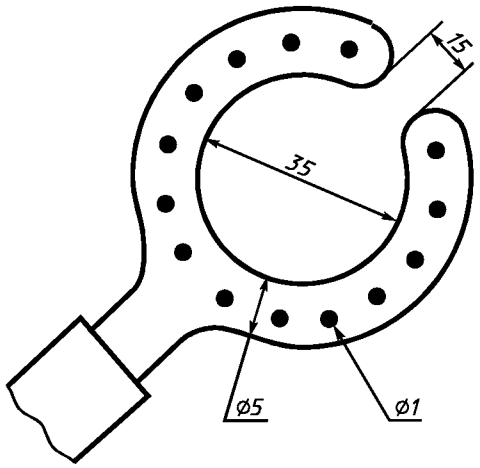
**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**3.2. Проведение испытания**

В прибор через отверстие *2* наливают 50 см$^3$ 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 °С.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа ± 0,13 °С при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Примечание. При использовании термометров с ценой деления 0,5 °С в интервале температур свыше 175 °С для всех методов определения допускаемые расхождения между результатами параллельных определений и допускаемую суммарную погрешность указывают в нормативно-технической документации на испытуемый продукт.

## 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)**

gost.e-ecolog.ru