

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 температурных пределов перегонки****ГОСТ
18995.7—73**Organic chemical products.
Methods for determination of boiling rangeМКС 71.080.01
71.100.01
ОКСТУ 2409, 2609Дата введения **01.07.74**

Настоящий стандарт распространяется на органические химические продукты (реактивы, особо чистые вещества и технические продукты) и устанавливает методы определения температурных пределов перегонки жидких продуктов, кипящих при нормальном давлении при температуре от 30 до 360 °С и не подвергающихся при этом разложению.

Сущность метода заключается в перегонке 100 см³ испытуемого продукта в установленных условиях и определении температуры начала и конца перегонки.

Термины, применяемые в стандарте, и их определения приведены в приложении 3.

**1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПРЕДЕЛОВ ПЕРЕГОНКИ В ПРИБОРЕ
С ВЕРТИКАЛЬНЫМ СТЕКЛЯННЫМ ХОЛОДИЛЬНИКОМ****1.1. Аппаратура**

Прибор ТПП (черт. 1), состоящий из следующих частей:

перегонной колбы 1 вместимостью 250 см³ (круглодонная колба — при использовании электрообогрева или остродонная колба — при обогреве газовой горелкой) с внутренним шлифом для присоединения насадки к колонке;

колонки 3, нижняя часть которой имеет наружный шлиф; над ним находится полый стеклянный шар 2, предотвращающий перегревание пара, поступающего в колонку и к термометру; верхняя часть колонки имеет внутренний шлиф для термометра 4 со шлифом; под шлифом находится пароотводная трубка 5, прочно соединенная с холодильником 7;

холодильника 7 с компенсационной трубкой 6, вставленной в верхнюю часть холодильника для уравнивания давления; при необходимости основной холодильник удлиняют вторым холодильником; при использовании одного холодильника применяют короткую компенсационную трубку, при использовании двух холодильников — длинную;

приемника 8 — мерного сосуда вместимостью 100 см³ с ценой деления 1 см³ для первых 5 см³ и последних 2 см³;

термометра 4 лабораторного стеклянного с взаимозаменяемыми конусами с ценой деления 0,2 или 0,5 °С с установленной поправкой; длина нижней части термометра должна быть достаточна для того, чтобы шарик термометра находился в половине колонки.

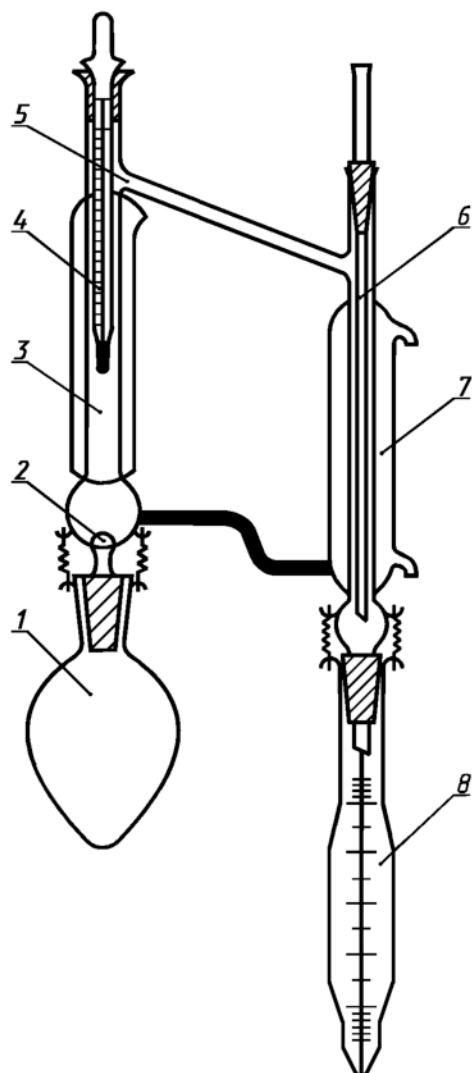
Барометр ртутный или пружинный с установленной поправкой по ртутному барометру с латунной шкалой.

Воронка Бабо.

Горелка газовая или электронагреватель, обеспечивающие регулирование скорости нагрева.

Секундомер или часы песочные на 1 или 5 мин.

(Измененная редакция, Изм. № 1).



Черт. 1

1.2. Подготовка к испытанию

1.2.1. При перегонке продуктов с температурой кипения выше 100 °С используют один холодильник, при перегонке продуктов с температурой кипения ниже 100 °С — два холодильника.

Температура охлаждающей среды, испытуемой пробы и приемника должна быть указана в нормативно-технической документации на испытуемый продукт. Если такого указания нет, то температура охлаждающей среды, испытуемой пробы и приемника должна соответствовать значениям, указанным в приложении 1.

При перегонке продуктов, застывающих при температуре окружающего воздуха, температура охлаждающей среды, испытуемой пробы и приемника должна быть на 5 °С выше температуры застывания, если в нормативно-технической документации на испытуемый продукт нет других указаний.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.2.2. При перегонке жидкостей с высокой температурой кипения, во избежание появления трещин в стекле из-за больших разностей температур, следует обмотать паропроводную трубку асбестовым шнуром.

1.2.3. (Исключен, Изм. № 1).

1.2.4. Прибор укрепляют на штативе; колбу помещают в воронку Бабо; между приемником и горелкой укрепляют асбестовую пластинку размером 30×30 . Собранный прибор для безопасности устанавливают на противне с песком за экраном.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. Проведение испытания

Мерным сосудом, являющимся впоследствии приемником для отгона, отмеряют 100 см^3 испытуемого продукта при $(20 \pm 3)^\circ\text{C}$ и по возможности без остатка переливают в перегонную колбу. Во избежание перегрева жидкости в колбу помещают 3—5 небольших кусочков прокаленного, пористого, неглазурованного фарфора или запаянных с одной стороны капилляров. Невысушенный приемник закрепляют с помощью пружины на нижнем шлифе холодильника. Колбу соединяют с помощью пружины с колонкой.

В начале испытания отмечают барометрическое давление. Нагревание (электронагрев или газовый) ведут так, чтобы жидкость закипала через 10—15 мин после начала нагревания, и затем регулируют так, чтобы после падения в приемник пятой капли дистиллята скорость перегонки была две капли в секунду ($3\text{--}4 \text{ см}^3/\text{мин}$).

За начальную температуру перегонки (t_n) считают температуру, при которой пятая капля дистиллята падает в приемник.

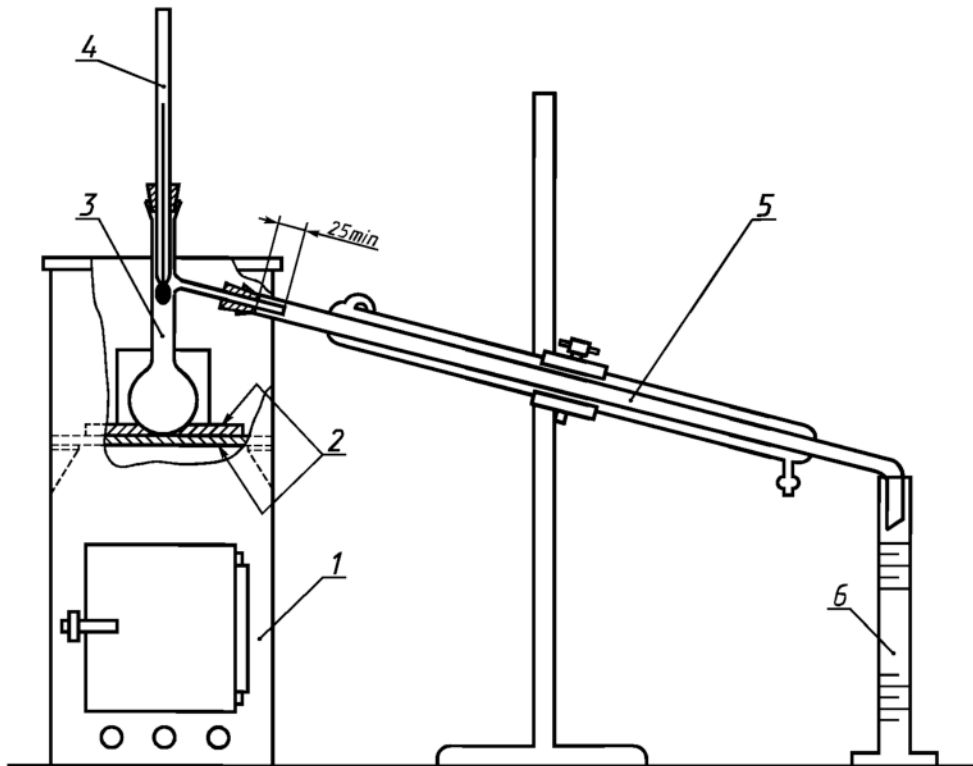
За конечную температуру перегонки (t_k) считают температуру, при которой в приемник отогнан заданный объем продукта, указанный в нормативно-технической документации на испытуемый продукт.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПРЕДЕЛОВ ПЕРЕГОНКИ В ПРИБОРЕ С НАКЛОННЫМ СТЕКЛЯННЫМ ХОЛОДИЛЬНИКОМ

2.1. Аппаратура

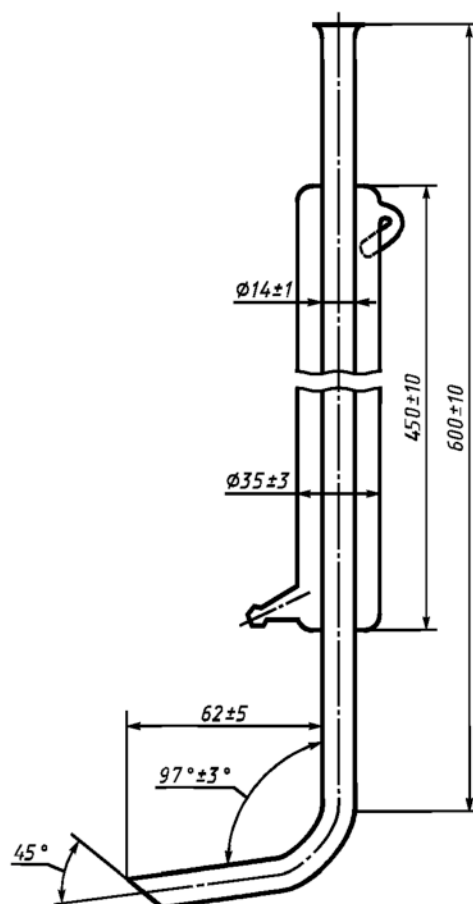
Прибор для перегонки (черт. 2) состоит из следующих частей: колбы для перегонки 3 типа КРН по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см^3 ;



Черт. 2

С. 4 ГОСТ 18995.7—73

холодильника стеклянного 5 (черт. 3);



Черт. 3

цилиндра мерного 6 по ГОСТ 1770 исполнения 1 вместимостью 100 см³ с ценой наименьшего деления 1 см³ или цилиндра мерного вспомогательного по ГОСТ 1770 исполнения 1 вместимостью 10 см³ с ценой наименьшего деления 0,2 см³;

кожуха обогревательного устройства 1 (черт. 4), изготовленного из листовой стали толщиной 0,8—1 мм в форме правильной призмы, открытого сверху и снизу; в передней стенке кожуха находится дверца; над дверцей и на задней стенке кожуха находятся окошки из тугоплавкого стекла или слюды, в верхней части одной из боковых стенок — вырез; в передней и задней стенках кожуха на высоте 265 мм от основания расположены два отверстия диаметром 25 мм, центры которых находятся на расстоянии (68 ± 1) мм от боковых кромок. Внутри кожуха на опорах из листового железа помещают пластинки 2 из теплостойкого материала толщиной 6 мм. В центре нижней пластинки, плотно прилегающей к стенкам кожуха, должно быть отверстие диаметром 110 мм, в центре верхней пластинки размером 150 × 150 мм должно быть отверстие диаметром 50 мм. Края пластинок из теплостойкого материала должны быть защищены от крошения пропиткой жидким стеклом. Допускается использование других конструкций кожуха, при этом модификация не должна влиять на тепловой режим перегонки;

термометра измерительного 4 с ценой деления 0,1—1,0 °С с установленной поправкой, имеющего градуировку в диапазоне измерения температуры от начала до конца перегонки.

Барометр ртутный или пружинный с установленной поправкой по ртутному барометру с латунной шкалой.

Горелка газовая или электронагреватель, обеспечивающие регулирование скорости нагрева.

Секундомер или часы песочные на 5 или 10 мин.

Термометр вспомогательный ТЛ-2 1-А (Б) 1—2, ТЛ-6 3-Б 2 или ТЛ-4 4-Б 2.