Температурные пределы перегонки и точка кипения	**ОФС.1.2.1.0013.15**
	Взамен ГФ X \n Взамен ст. ГФ XI, вып. 1 \n Взамен ГФ XII, ч. 1,

Под температурными пределами перегонки подразумевают интервал между начальной и конечной температурой кипения при нормальном давлении 101,3 кПа (760 мм рт. ст.).

Начальной температурой кипения считают температуру, при которой в приемник в процессе перегонки попали первые 5 капель жидкости. Конечной температурой кипения считают температуру, при которой в приемник перешло 95% жидкости.

Точка кипения - скорректированная температура, при которой давление пара жидкости достигает 101,3 кПа.

Определение температурных пределов перегонки

Прибор. Прибор (рисунок) состоит из перегонной колбы (А), прямого холодильника (В) и аллонжа (С). Термометр помещают в горло перегонной колбы так, чтобы конец ртутного шарика находился на 5 мм ниже нижнего края отводной трубки перегонной колбы. Применяют укороченный термометр с верхним значением шкалы около 50°С и ценой деления 0,2°С.

Во время испытания колбу защищают от охлаждения соответствующим экраном.

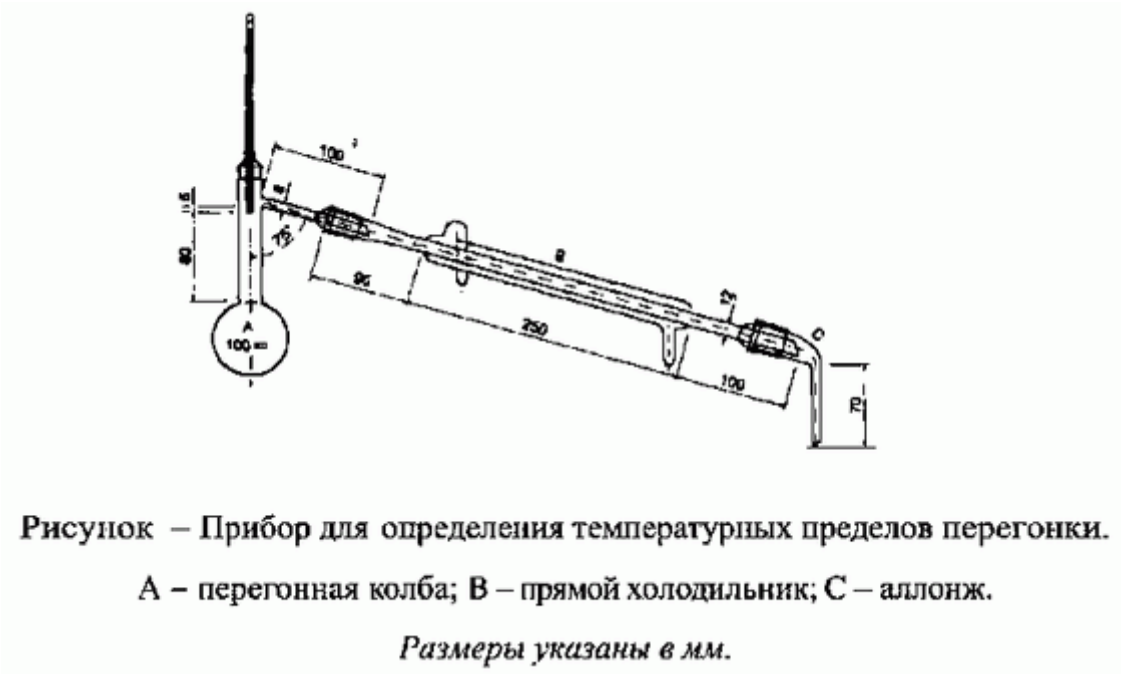

Рисунок – Прибор для определения температурных пределов перегонки.

А – перегонная колба; В – прямой холодильник; С – аллонж.

Размеры указаны в мм.

Для жидкостей, кипящих при температуре ниже 150°С, применяют водяное охлаждение; для жидкостей, кипящих три температуре выше 150°С, достаточно воздушного охлаждения.

Методика. В колбу вместимостью 100 мл помещают 50 мл исследуемой жидкости и несколько тонких запаянных с одного конца капилляров или кусочков пористого керамического материала.

Начинают нагревание колбы, отмечают начальную температуру кипения и продолжают нагревание таким образом, чтобы в 1 мин перегонялось 2-3 мл жидкости. Перегоняют требуемый

объем жидкости, отмечая конечную температуру кипения. Отгон собирают в приемник (цилиндр вместимостью 50 мл с ценой деления 1 мл). Приемник устанавливают так. чтобы аллонж входил в него на 2,5 см.

Наблюдаемую температуру перегонки (t_1) приводят к нормальному давлению 101,3 кПа (760 мм рт. ст.) по формуле:

$$t_2 = t_1 + K \cdot (P - P_1)$$

(1)

где t_2 - исправленная температура, °С;

t_1 - наблюдаемая температура, °С;

Р - нормальное барометрическое давление, кПа или мм рт. ст.;

P_1 - барометрическое давление во время опыта, наблюдаемое по ртутному барометру или анероиду, кПа или мм рт. ст., с учетом поправок, указанных в поверочном свидетельстве и в инструкции по эксплуатации;

К - поправочный коэффициент. Значения К зависят от температуры кипения перегоняемой жидкости и приведены в таблице.

Таблица - Поправочный коэффициент для приведения к нормальному значению

Наблюдаемая температура кипения, °С	Поправочный коэффициент К при давлении, выраженном в	
	мм рт. ст.	кПа
до 100	0,040	0,30
100 - 140	0,045	0,34
141 - 190	0,050	0,38
191 - 240	0,055	0,41
выше 240	0,060	0,45

Примечания.

1. Если во время опыта давление измеряют ртутным барометром, то после внесения поправок, указанных в поверочном свидетельстве и в инструкции по эксплуатации, давление приводят к показаниям при температуре 0°С. Для чего вычитают из показаний барометра:

0,27 кПа (2 мм рт. ст.) при температуре окружающей среды 13 - 20°С;

0,4 кПа (3 мм рт. ст.) при температуре окружающей среды 21 - 28°С;

0,53 кПа (4 мм рт. ст.) при температуре окружающей среды 29 - 35°С.

2. Перегонку эфира следует проводить на предварительно нагретой водяной бане при температуре от 54 до 58°С.

Допустимое расхождение между результатами двух параллельных определений температуры кипения не должно превышать 1°С.

Определение точки кипения

Испытание проводят в приборе для определения температурных пределов перегонки. Термометр помещают в горло колбы так, чтобы нижний конец ртутного шарика находился на уровне нижнего конца горла колбы. Применяют укороченный термометр с верхним значением шкалы около 50°С и ценой деления 0,2°С.

В колбу вместимостью 100 мл помещают 20 мл испытуемой жидкости и несколько кусочков пористого керамического материала и быстро нагревают до кипения. Отмечают температуру, при которой жидкость начинает поступать по отводной трубке колбы в холодильник.

Отмеченную температуру кипения приводят к нормальному давлению по формуле (1).

Микрометод определения температуры кипения обычно используется для идентификации веществ.

В тонкостенную стеклянную запаянную с одного конца трубочку диаметром 3 мм и длиной около 8 см помещают несколько капель исследуемой жидкости, чтобы образовался слой от 1,0 до 1,5 см высоты. В трубочку вставляют открытым концом вниз запаянный с одного конца капилляр длиной около 10 см и диаметром около 1 мм. Трубочку прикрепляют с помощью резинового колечка или тонкой проволоки к укороченному термометру так, чтобы нижний конец трубочки находился на уровне середины ртутного шарика, и термометр помещают в прибор для определения температуры плавления. Нагревание ведут таким образом, чтобы температура поднималась на 2 - 3°С в минуту до того момента, когда из капилляра вместо отдельных воздушных пузырьков начнет выделяться непрерывная цепочка пузырьков пара, после чего прекращают или уменьшают нагрев. Момент, когда прекратится выделение пузырьков и жидкость начнет подниматься в капилляр, принимают за температуру кипения.

Наблюдаемую температуру кипения приводят к показаниям при нормальном давлении, как указано выше.