

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ

Метод определения температуры кристаллизации бензола

ВУГЛЕВАДАРОДЫ АРАМАТЫЧНЫЯ

Метад вызначэння тэмпературы крышталізацыі бензолу

(ASTM D 852-02, IDT)

Издание официальное

БЗ 3-2005



**Госстандарт
Минск**

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ОАО «Белгорхимпром»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 19 июля 2005 г. № 33

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту американского общества по испытаниям материалов ASTM D 852-02 «Standard Test Method for Solidification Point of Benzene» (АСТМ Д 852-02 «Метод определения температуры кристаллизации бензола»).

В стандарт внесены следующие редакционные изменения:

– наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования стандарта ASTM D для обеспечения однозначной классификации стандартов в соответствии с МК (ИСО/ИНФКО МКС) 001;

– в разделе 2 (в сноске) приведена дополнительная информация применительно к территории Республики Беларусь, выделенная курсивом.

Стандарт ASTM D разработан Комитетом D 16 по ароматическим углеводородам и родственными им химическим веществам, Подкомитетом D 16.01 по бензолу, толуолу, ксилолам, циклогексану и их производным.

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр стандарта ASTM D 852, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, имеется в БелГИСС.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Содержание

1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки.....	1
3 Термины	2
4 Сущность метода.....	2
5 Значение и использование	2
6 Оборудование	2
7 Техника безопасности	3
8 Отбор проб	3
9 Подготовка оборудования.....	3
10 Калибровка устройств для измерения температуры	3
11 Проведение анализа	3
12 Отчет об испытаниях.....	4
13 Точность и систематическая погрешность.....	4

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ**УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ**
Метод определения температуры кристаллизации бензола¹⁾**ВУГЛЕВАДАРОДЫ АРАМАТЫЧНЫЯ**
Метад вызначэння тэмпературы крышталізацыі бензолу**Aromatic Hydrocarbons.**
Standard Test Method for Solidification Point of Benzene

Дата введения 2005-11-01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения температуры кристаллизации бензола.

1.2 Для определения соответствия результатов, полученных при использовании настоящего метода, техническим требованиям результаты должны быть округлены в соответствии с методом округления по ASTM E 29.

1.3 Настоящий стандарт не рассматривает всех проблем безопасности, связанных с его применением, если они существуют. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение техники безопасности, охрану здоровья человека и определение границ применимости стандарта до начала его применения. Особые меры безопасности установлены в разделе 7.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты ASTM:

ASTM D 1015 Метод определения температуры замерзания углеводородов высокой степени очистки²⁾

ASTM D 1016 Метод определения чистоты углеводородов по температуре замерзания²⁾

ASTM D 1193 Вода для химических анализов. Технические требования³⁾

ASTM D 3437 Руководство по отбору проб и работе с жидкими циклическими продуктами⁴⁾

ASTM E 1 Термометры ASTM. Технические требования⁵⁾

ASTM E 29 Применение значащих цифр в данных испытаний для определения соответствия техническим требованиям⁶⁾

ASTM E 691 Проведение межлабораторных исследований для определения точности метода испытаний

2.2 Другие документы

OSHA, 29 CFR, параграфы 1910.1000 и 1910.1200⁷⁾.*

¹⁾ Настоящий стандарт находится под юрисдикцией ASTM Комитета D 16 по ароматическим углеводородам и родственным им химическим веществам и находится под прямой ответственностью Подкомитета D 16.01 по бензолу, толуолу, ксилолам, циклогексану и их производным.

Настоящая редакция утверждена 10 июня 2000 г. Опубликована в августе 2000 г. Первая редакция – ASTM D 852-45. Предпоследняя редакция – ASTM D 852-97.

²⁾ Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 05.01.

³⁾ Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 11.01.

⁴⁾ Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 06.04.

⁵⁾ Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 14.03.

⁶⁾ Ежегодный сборник стандартов ASTM, том 14.02.

⁷⁾ Можно получить из Управления по документации, США, Офис по печати правительственной документации, Вашингтон, DC 20402.

* В Республике Беларусь применяют СанПиН № 11-19-94 «Межотраслевые общие правила по охране труда», утвержденные Постановлением Министерства труда и социальной защиты Республики Беларусь № 70 от 03.06.2003.

3 Термины

3.1 Определения

3.1.1 Температура кристаллизации – эмпирическая константа, определяемая как температура, при которой жидкая фаза вещества находится в равновесии с относительно малой частью твердой фазы.

3.1.1.1 Температура кристаллизации отличается от температуры замерзания; определение температуры замерзания приведено в ASTM D 1015. Определение чистоты вещества по температуре замерзания приведено в ASTM D 1016.

4 Сущность метода

4.1 Метод основан на определении максимальной температуры (температуры кристаллизации), достигаемой в контролируемом цикле охлаждения после появления твердой фазы.

5 Значение и использование

5.1 Данный метод может быть использован как критерий для определения чистоты бензола. Чем ближе температура кристаллизации образца к температуре кристаллизации чистого бензола, тем чище образец.

6 Оборудование

6.1 Прибор для кристаллизации бензола (с воздушным кожухом).

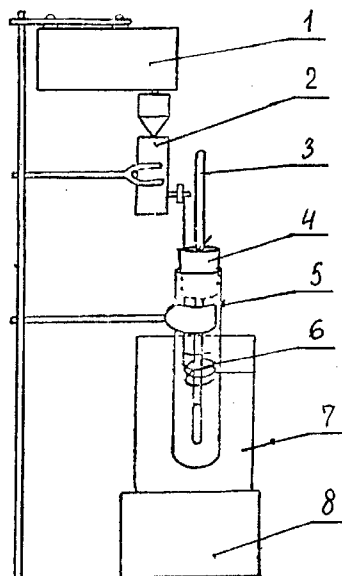
6.1.1 Внутренний сосуд – пробирка для охлаждения наружным диаметром 15 мм и длиной 125 мм.

6.1.2 Воздушный кожух – сосуд с наружным диаметром 25 мм и длиной 150 мм.

6.1.3 Изоляция – сухой абсорбент из хлопковой ваты или стекловаты.

6.2 Сосуд для кристаллизации бензола (толстостенный) – стеклянный сосуд с наружным диаметром 18 мм, внутренним диаметром 14 мм и длиной 150 мм. Толстостенный сосуд совместим только с термистором.

6.3 Ледяная баня – химический стакан вместимостью 1 л или сосуд подобного типа глубиной не менее 127 мм, заполненный колотым льдом.



1 – двигатель для вращательного движения; 2 – преобразователь вращательного движения двигателя в возвратно-поступательное; 3 – устройство для измерения температуры; 4 – корковая пробка; 5 – сосуд для кристаллизации бензола (толстостенный); 6 – мешалка из проволоки в верхней части движения; 7 – ледяная баня; 8 – подставка для бани

Рисунок 1 – Аппарат для определения температуры кристаллизации бензола

6.4 Мешалка из проволоки диаметром 1 мм (из меди или нержавеющей стали) или стеклянная палочка диаметром 2 мм, один конец которой согнут в кольцо под прямым углом к оси мешалки таким образом, чтобы она могла свободно двигаться в кольцевом пространстве между термометром и стенкой внутренней пробирки.

6.5 Устройство для измерения температуры, подходящее для настоящего метода.

6.5.1 Термометр ASTM для определения температуры кристаллизации бензола с диапазоном измерения от 4,0 °С до 6,0 °С, соответствующий требованиям для термометра 112С, установленным в ASTM E 1.

6.5.2 Термистор типа CSP с точностью измерений до 0,01 °С и номинальным сопротивлением 2500 Ом при 25 °С. Термистор должен быть оборудован омметром, способным регистрировать сопротивление с точностью до 0,1 Ом.

6.6 Аппарат для перемешивания (не обязательный), приведенный на рисунке 1, используется взамен ручного перемешивания раствора бензола.

7 Техника безопасности

7.1 Правила работы со всеми веществами, используемыми в данном методе, приведены в Руководстве по технике безопасности в соответствии с Постановлениями OSHA.

8 Отбор проб

8.1 Отбор проб проводят в соответствии с ASTM D 3437.

9 Подготовка оборудования

9.1 В сосуд для кристаллизации бензола вставляют корковую пробку с двумя отверстиями. Через одно отверстие вставляют устройство для измерения температуры. Термометр должен быть вставлен до отметки 4,0 °С. Термистор должен быть вставлен таким образом, чтобы он находился в контакте с раствором бензола. Через другое отверстие вставляют стержень мешалки.

9.2 При использовании прибора для кристаллизации бензола с воздушным кожухом на дно воздушного кожуха помещают слой сухого абсорбента из хлопковой ваты или стекловаты толщиной 3,2 мм (1/8 дюйма), внутреннюю пробирку вставляют в воздушный кожух до края корковой пробки или кругового кольца корковой пробки, которое установлено прямо в отверстие воздушного кожуха.

10 Калибровка устройств для измерения температуры

10.1 Калибровку термометра 112С выполняют на малой шкале, нанесенной в нижней части термометра. Ледяную баню готовят, наполняя небольшой сосуд Дьюара колотым льдом, полученным из воды для анализов по ASTM D 1193 типа I или типа II, и добавляя некоторое количество охлажденной воды типа I или типа II для получения кашицы. Термометр погружают в ледяную баню, дают постоять 5 мин для достижения равновесия и снимают показания термометра. Значение температуры кристаллизации впоследствии корректируется путем увеличения (или уменьшения) температуры на значение, отличающееся от 0,00 °С.

10.2 Калибровка термисторов осуществляется изготовителем. Значение сопротивления используется для расчета значения температуры по формуле, представленной изготовителем.

11 Проведение анализа

11.1 насыщение пробы бензола водой проводят следующим образом: 7 – 8 мл пробы помещают в сосуд для кристаллизации бензола, добавляют одну каплю воды и энергично встряхивают.

11.2 В сосуд для кристаллизации бензола помещают пробку и аппарат для перемешивания (если он используется).

11.3 При использовании прибора для кристаллизации бензола с воздушным кожухом содержимое внутренней пробирки при перемешивании быстро охлаждают примерно до 6 °С в ледяной бане. Затем внутреннюю пробирку насухо вытирают, вставляют в воздушный кожух и помещают в ледяную баню.

11.4 При постоянном перемешивании бензола строго следят за температурой. Температура будет понижаться до минимума, затем подниматься до максимума, оставаясь постоянной на максимуме примерно в течение 15 с, а затем снова понижаться (примечание 1). При использовании термометра минимальная температура, обусловленная переохлаждением перед началом кристаллизации, не должна быть ниже максимума более чем на 0,7 °С. Наблюдаемую максимальную постоянную температуру записывают с точностью до 0,01 °С и обозначают ее как «влажную» (примечание 1).

Примечание 1 – Если нет отчетливых различий между точками минимума и максимума или температура не остается постоянной на максимуме по меньшей мере в течение 15 с, определение следует повторить. Показания термистора должны оставаться постоянными по крайней мере до второго десятичного знака.

12 Отчет об испытаниях

12.1 Результаты анализа необходимо пересчитывать на безводное вещество. Так как определение проводится на насыщенном водой бензоле, то температура кристаллизации должна быть откорректирована для безводного вещества путем добавления 0,09 °С к наблюдаемой максимальной температуре, которая следует за минимальной. Также следует вносить поправки на погрешность термометра.

13 Точность и систематическая погрешность⁸⁾

13.1 Точность термометра. Для оценки достоверности результатов испытаний, полученных по настоящему методу с применением термометра, использовали результаты двенадцати измерений температуры кристаллизации в одной и той же лаборатории. Результаты, полученные в одной и той же лаборатории, считались недостоверными, если они отличались более чем на 0,03 °С.

13.2 Точность термистора. Для оценки достоверности результатов испытаний, полученных по настоящему методу с применением термистора (при вероятности, равной 95 %), использовали данные, которые были получены при межлабораторных сличениях в шести лабораториях. Три различных образца испытывались в течение двух дней трижды с использованием термистора и толстостенного сосуда для кристаллизации бензола.

13.2.1 Сходимость. Результаты испытаний, полученные в одной и той же лаборатории, не должны отличаться более чем на 0,03 °С. Разница между двумя результатами испытаний, полученными в одной и той же лаборатории на одном и том же продукте, только в 5 % определений может превышать это значение.

13.2.2 Воспроизводимость. Результаты испытаний, полученные в каждой из двух лабораторий, не должны отличаться более чем на 0,05 °С. Разница между двумя результатами испытаний, полученными в различных лабораториях на одном и том же продукте, только в 5 % определений может превышать это значение.

13.3 Систематическая погрешность. Систематическая погрешность не определялась, так как нет признанного стандартного образца, пригодного для определения погрешности измерений.

⁸⁾ Дополнительную информацию можно получить в Штаб-квартире ASTM. Запрос RR:D16-1020.

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

Сдано в набор 01.08.2005	Подписано в печать 30.09.2005	Формат бумаги 60×84/8.	Бумага офсетная.
Печать ризографическая	Усл. печ. л. 0,93	Уч.-изд. л. 0,33	Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
НПРУП "Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)"
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004
БелГИСС, 220113, г. Минск, ул. Мележа, 3