

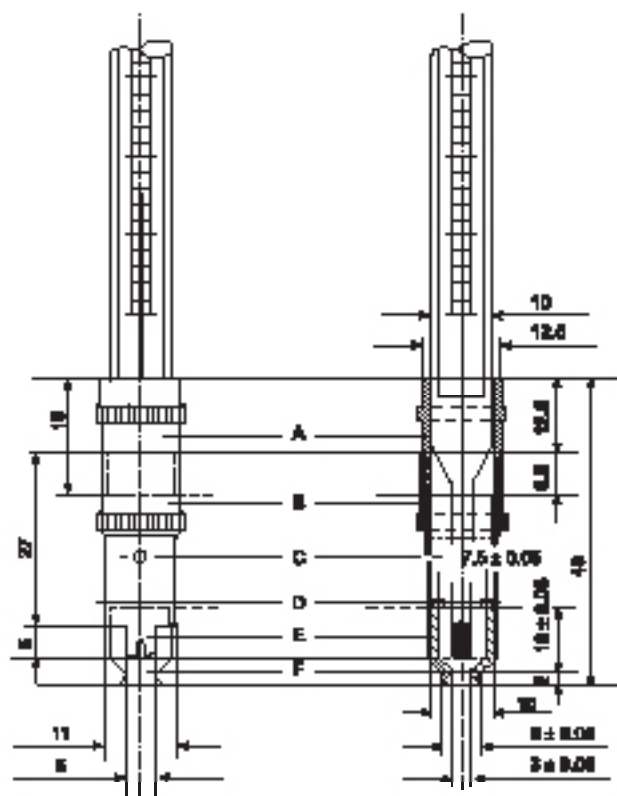
2.2.17. ТЕМПЕРАТУРА КРАПЛЕПАДІННЯ

Температура краплепадіння — це температура, за якої у визначених умовах перша крапля розплавленої речовини падає з чашечки.

Якщо в монографії не зазначений конкретний метод, використовують метод А. Будь-яка заміна методу А на метод В має бути валідована.

МЕТОД А

Обладнання. Обладнання (див. Рис. 2.2.17.-1) складається з двох металевих гільз (А і В), з'єднаних разом за допомогою різьби. Гільза А прикріплена до термометра. У нижній частині гільзи В за допомогою двох ущільнювачів вільно закріплена металева чашечка. Точне положення чашечки визначається фіксаторами завдовжки 2 мм, які також використовуються для центрування термометра. Отвір у бічній поверхні гільзи В призначений для вирівнювання тиску. Зливна поверхня чашечки має бути гладкою, і краї вихідного отвору мають бути під прямим кутом до неї. Термометр повинен мати форму і розмір, як зазначено на Рис. 2.2.17.-1; термометр має шкалу від 0 °С до 110 °С, і відстань на шкалі в 1 мм відповідає різниці температур в 1 °С. Резервуар термометра має діаметр (3.5 ± 0.2) мм і висоту (6.0 ± 0.3) мм. Обладнання встановлюють у пробірку завдовжки приблизно 200 мм із зовнішнім діаметром приблизно 40 мм по її осі. Обладнання прикріплюють до пробірки за допомогою пробки з рифленою бічною поверхнею, в яку вставляється термометр. Відкрита сторона чашечки має бути на відстані приблизно 15 мм від дна пробірки. Увесь пристрій занурюють у склянку місткістю приблизно 1 л, заповнену водою. Дно пробірки розташоване на відстані приблизно 25 мм від дна склянки. Рівень води має досягати верхньої частини гільзи А. Для забезпечення постійної температури в склянці використовують мішалку.



- A. Верхня металева гільза
- B. Нижня металева гільза
- C. Отвір для вирівнювання тиску
- D. Фіксатори
- E. Ущільнювачі
- F. Металева чашечка для зразка

Рисунок 2.2.17.-1. Обладнання для визначення температури краплепадіння.

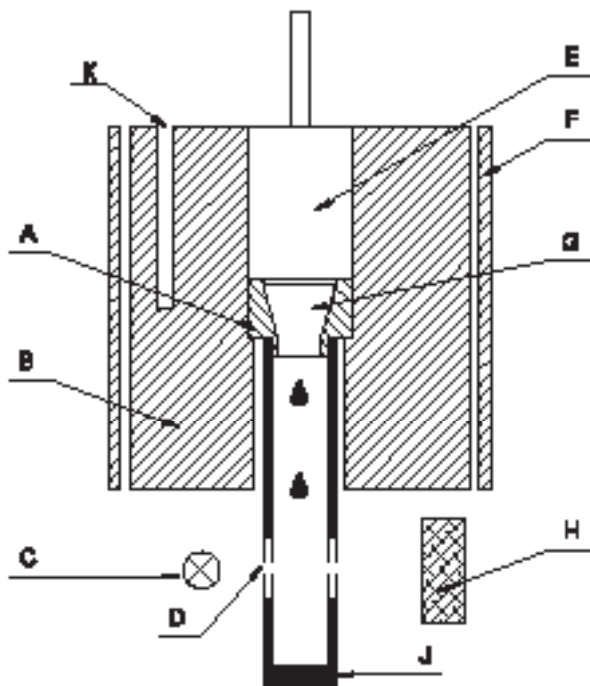
Розміри зазначені в міліметрах

Методика. Випробовувану субстанцію готують, як зазначено в монографії. Заповнюють чашечку по вінця нерозплавленою випробовуваною речовиною. Надлишок речовини видаляють із двох боків шпателем. Після того як гільзи А і В з'єднані, проштовхують чашечку всередину на її місце в гільзі В до упору. Видаляють шпателем речовину, видавлену термометром. Обладнання поміщують у водяну баню, як описано вище. Водяну баню нагрівають до температури приблизно на 10 °С нижче передбачуваної температури краплепадіння і встановлюють швидкість нагрівання приблизно 1 °С на хвилину. Відмічають температуру падіння першої краплі. Проводять не менше трьох визначень щоразу з новим зразком речовини. Різниця між показаннями не має перевищувати 3 °С. Середнє з 3 одержаних значень становить температуру краплепадіння.

МЕТОД В. АВТОМАТИЧНИЙ МЕТОД

Обладнання. Обладнання (Рис. 2.2.17.-2) складається з картриджа, спорядженого утримувачем чашечки для зразка, в якому вільно закріплюється чашечка зі зразком, і трубки-приймача з горизонтальною світловою щілиною, яка зафіксована нижче чашечки.

Цей картридж розміщують у блоці нагрівання. Блок є металевим циліндром із циліндричним отвором уздовж його вертикальної осі, в який поміщається картридж. В інший, меншого діаметра, циліндричний вертикальний отвір встановлений температурний датчик. Він встановлений на рівні чашечки для зразка. Блок нагрівання оточений електричним нагрівальним елементом. Лампа блока нагрівання встановлена нижче так, що промінь світла падає крізь світлову щілину в трубці-приймачі на фотодатчик, розміщений навпроти. ► Нагрівальний елемент здатний підтримувати нагрівальний блок за передбачуваної температури й нагрівати повільно і рівномірно за передбачуваної швидкості. ◄



- А. Утримувач чашечки
- В. Блок нагрівання
- С. Джерело світла
- Д. Світлова щілина
- Е. Картридж
- Ф. Нагрівальний елемент
- Г. Чашечка для зразка
- Н. Фотодатчик
- І. Трубка-приймач
- К. Датчик температури

Рисунок 2.2.17.-2. Обладнання для автоматичного визначення температури краплепадіння.

Методика. ► Випробовувану субстанцію готують, як зазначено в монографії, далі діють, як зазначено нижче або відповідно до інструкції виробника. ◄ Надлишок речовини видаляють із двох боків чашечки шпателем. ■ Чашечку вставляють в утримувач чашечки й потім на чашечку встановлюють трубку-приймач. Поміщають картридж у блок нагрівання. Встановлюють параметри роботи приладу в початковому ізотермічному режимі й швидкість для подальшого нагрівання, як зазначено в монографії на випробовувану речовину. Запускають температурну програму. Коли перша крапля розплавленої речовини падає через отвір на дні чашечки для зразка,

перериваючи світловий промінь, фотодатчик дає сигнал для автоматичної реєстрації температури блока нагрівання.

Калібрування. Обладнання використовують відповідно до інструкції виробника; зазначені калібрування і випробування функціонування системи проводять через регулярні інтервали часу залежно від використовуваного приладу й випробовуваної субстанції. Як сертифіковані стандартні матеріали зазвичай використовуються бензойна кислота і бензофенон. Можуть бути використані інші матеріали, якщо вони не проявляють поліморфізм. Діють, як зазначено нижче або відповідно до інструкцій виробника. Готують три чашечки для зразків для кожного з двох сертифікованих стандартних матеріалів. Поміщають чашечки для зразків на чисту поверхню. У кожну чашечку вносять невелику кількість зразка й ущільнюють вміст за допомогою стрижня (діаметром приблизно 4.5 мм). ► Переконаються, що отвір на дні чашечки повністю закрито. ◄ Заповнивши чашечку для зразка приблизно наполовину, ущільнюють зразок за допомогою стрижня (діаметром приблизно 9 мм). Наповнюють чашечку для зразка й ущільнюють, додаючи більше зразка, й ущільнюють знову, якщо потрібно, доки чашечка для зразка не буде повністю заповнена.

Температурна програма для бензойної кислоти: початкова температура – 118.0 °С; швидкість нагрівання – 0.2 °С/хв; кінцева температура – 126.0 °С. Після встановлення чашечки всередину за температури 118 °С витримують 30 с і починають нагрівання.

Температурна програма для бензофенону: початкова температура – 44.0 °С; швидкість нагрівання – 0.2 °С/хв; кінцева температура – 56.0 °С. Після встановлення чашечки всередину за температури 44 °С витримують 30 с і починають нагрівання.

Відмічають 3 одиничні результати: випробування вважається придатним, якщо 3 результати не виходять за межі інтервалу 0.3 °С від середнього значення.

Скориговане середнє значення температури (T_2) обчислюють за формулою:

$$T_1 - F,$$

де T_1 – середнє значення температури краплепадіння 3 зразків, у °С;

F – компенсація різниці в температурі між зразком і місцем в блоці нагрівання, в якому проводиться вимірювання температури; ця різниця залежить від конструкції приладу для автоматичного визначення точки краплепадіння і зазначається виробником.

Враховують точку краплепадіння (T_0) сертифікованого стандартного матеріалу; точність температурної шкали є задовільною, якщо $|T_2 - T_0|$ не більше 0.3 °С.



ПРОЕКТ