

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 11123:2015  
ISO 1392:1977**

**XÁC ĐỊNH ĐIỂM KẾT TINH - PHƯƠNG PHÁP CHUNG**

*Determination of crystallizing point - General method*

**HÀ NỘI - 2015**

**Lời nói đầu**

TCVN 11123:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 1392:1977.

TCVN 11123:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC47 Hóa học biên soạn, Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Xác định điểm kết tinh – Phương pháp chung

*Determination of crystallizing point – General method*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chung để xác định điểm kết tinh trong dải từ khoảng - 50 °C đến khoảng + 250 °C.

Điểm kết tinh có thể được xác định trực tiếp trên mẫu thử "như đã nhận", hay trên mẫu thử khô, hoặc cả hai. Trong trường hợp đã kiểm tra các điều kiện của mẫu và, nếu việc xác định được thực hiện với mẫu thử khô, sử dụng phương pháp sấy, phải công bố phương pháp thử cụ thể đối với từng loại vật liệu.

### 2 Nguyên tắc

Làm lạnh chất lỏng hoặc mẫu đã hóa lỏng và xác định điểm kết tinh bằng cách quan sát nhiệt độ trong khi kết tinh dưới các điều kiện xác định.

### 3 Thuốc thử

#### 3.1 Axeton.

#### 3.2 Cacbon dioxit rắn.

#### 3.3 Đá.

#### 3.4 Canxi sulfat, đã được sấy khô ở nhiệt độ khoảng 170 °C.

Sấy khô canxi sulfat dihydrat ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) trong 24 h ở nhiệt độ khoảng 170 °C, để nguội trong bình hút ẩm và sau đó bảo quản trong bình kín.

## 4 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và thiết bị, dụng cụ được trình bày trong Hình 1, 2, 3 và 4 bao gồm các dụng cụ sau:

- 4.1 Ống kết tinh, đường kính ngoài khoảng 25 mm và chiều dài khoảng 150 mm.
- 4.2 Ống bảo vệ bên ngoài, đường kính trong khoảng 28 mm, chiều dài khoảng 120 mm và độ dày thành ống khoảng 2 mm.
- 4.3 Que khuấy, bằng thủy tinh hoặc thép không gỉ, đường kính khuấy khoảng 20 mm, có thể thao tác bằng tay hoặc bằng máy, tạo ra một chuyển động xoáy khoảng 30 mm trong 1 s.
- 4.4 Nhiệt kế chính xác, vạch chia 0,1 °C, sai số thang đo tối đa cho phép 0,1 °C, với dải được quy định trong phương pháp thử cụ thể đối với từng loại vật liệu.
- 4.5 Cốc Dewar, dung tích khoảng 500 mL, chứa hỗn hợp lạnh thích hợp (carbon dioxit/axeton hoặc đá/nước hoặc nước) và được trang bị nhiệt kế phòng thử nghiệm phù hợp. Một ví dụ của cốc Dewar được đưa ra trong Hình 2, có thể sử dụng các vật chứa khác có cùng dung tích.
- 4.6 Cốc Dewar, được trình bày trong Hình 3. (Mặt bên trong cốc không cần tráng bạc.)
- 4.7 Bình gia nhiệt, được trình bày trong Hình 4, môi trường gia nhiệt chứa dầu silicon hoặc chất lỏng phù hợp khác, và được trang bị nhiệt kế phòng thử nghiệm phù hợp.

## 5 Cách tiến hành

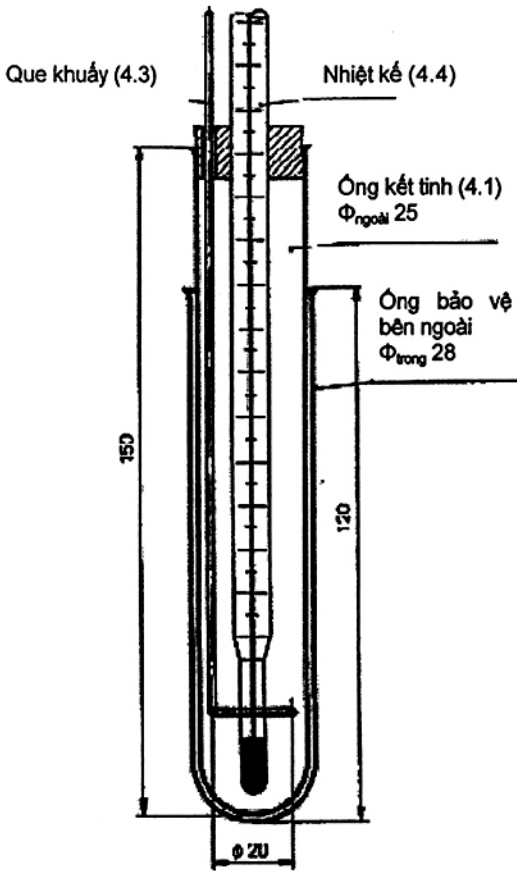
### 5.1 Chuẩn bị mẫu thử để xác định trực tiếp điểm kết tinh trên mẫu thử” như đã nhận”

#### 5.1.1 Sản phẩm dạng lỏng

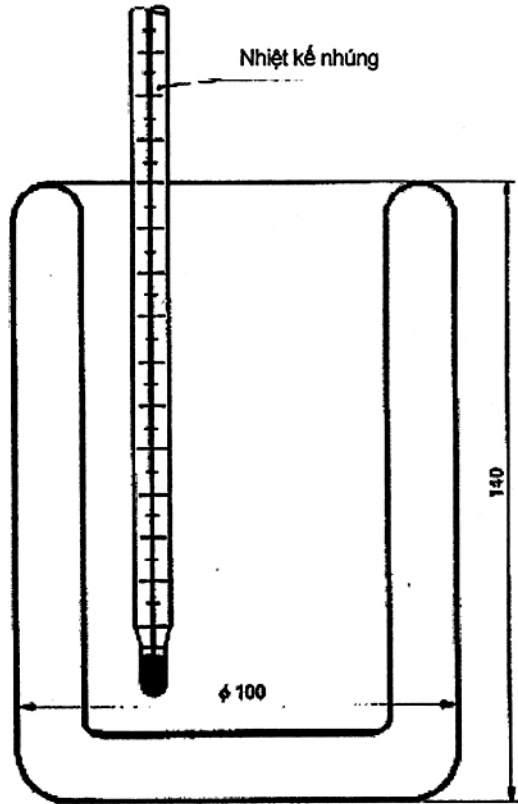
Rót mẫu thử chưa xử lý vào ống kết tinh (4.1) đến chiều cao khoảng 60 mm và tiến hành theo quy định trong 5.3.

#### 5.1.2 Sản phẩm dạng rắn

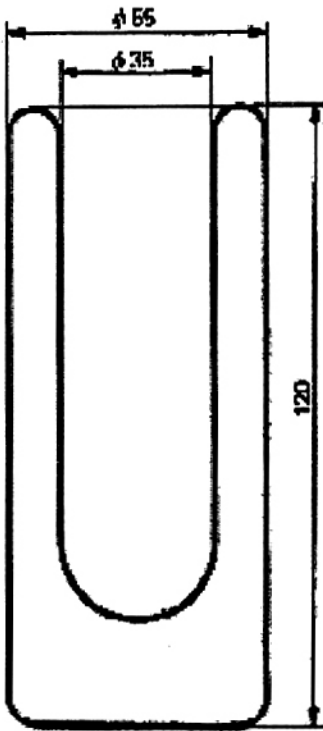
Trước khi xác định điểm kết tinh, sản phẩm phải được làm nóng chảy trong bồn cách thủy, trong tủ sấy hoặc trong bình chứa dầu [có thể thực hiện trong ống kết tinh (4.1), sử dụng bình gia nhiệt (4.7)], gia nhiệt từ từ để đảm bảo rằng nhiệt độ của sản phẩm nóng chảy không cao hơn điểm nóng chảy vài độ. Rót mẫu thử nóng chảy vào ống kết tinh đến chiều cao khoảng 60 mm và tiến hành theo quy định trong 5.3.



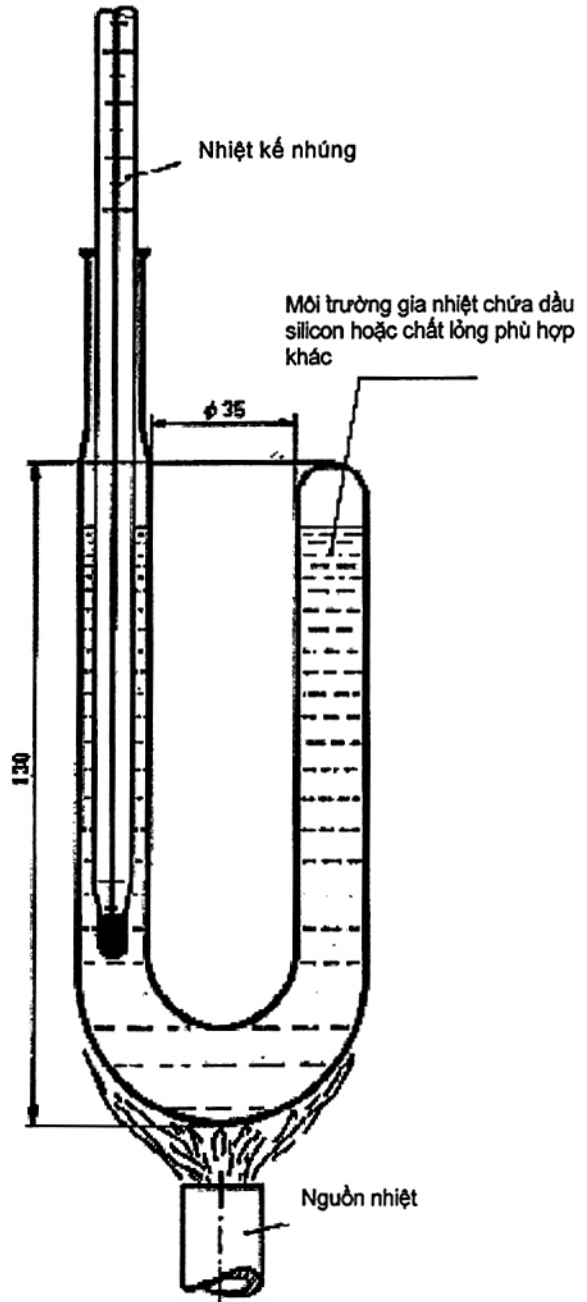
Hình 1 – Thiết bị xác định điểm kết tinh



Hình 2 – Cốc Dewar (4.5)



Hình 3 – Cốc Dewar (4.6)



Hình 4 – Bình gia nhiệt

## 5.2 Chuẩn bị mẫu thử để xác định điểm kết tinh trên mẫu thử khô

### 5.2.1 Sản phẩm dạng lỏng

Sản phẩm dạng lỏng có hàm lượng nước thông thường [nghĩa là nhỏ hơn hoặc bằng 2 % (theo khối lượng)] phải được làm khô trong ống kết tinh (4.1) bằng cách thêm canxi sulfat. Rót mẫu dạng lỏng vào ống kết tinh đến chiều cao khoảng 60 mm, thêm canxi sulfat (3.4) (cần 2 g đến 5 g) và tiến hành theo quy định trong 5.3.

Trong một số trường hợp, có thể yêu cầu làm khô theo phương pháp khác, điều này phải được quy định trong phương pháp thử cụ thể đối với từng loại vật liệu.

### 5.2.2 Sản phẩm dạng rắn

Phương pháp sấy sản phẩm dạng rắn phụ thuộc vào hàm lượng nước của mẫu và giá trị điểm kết tinh.

#### 5.2.2.1 Sản phẩm có hàm lượng nước thấp hơn [nghĩa là nhỏ hơn hoặc bằng 2 % (theo khối lượng)]

Sản phẩm dạng rắn với điểm nóng chảy dưới 150 °C phải được làm khô với canxi sulfat. Rót mẫu nóng chảy vào ống kết tinh (4.1) đến chiều cao khoảng 60 mm, thêm canxi sulfat (3.4) (cần 2 g đến 5 g) và tiến hành theo quy định trong 5.3.

Sản phẩm dạng rắn với điểm nóng chảy trên 150 °C phải được sấy trong tủ sấy tại nhiệt độ 60 °C hoặc sấy hút chân không, hoặc bằng cách hong khô và xác định điểm kết tinh khi tiến hành trên mẫu nóng chảy. Rót mẫu nóng chảy vào ống kết tinh (4.1) đến chiều cao khoảng 60 mm và tiến hành theo quy định trong 5.3.

Đối với mẫu thử có điểm nóng chảy cao hơn, phương pháp và thời gian sấy phải được quy định trong phương pháp thử cụ thể đối với từng loại vật liệu; trong một số trường hợp, phương pháp sấy khác có thể dùng đối với một loại vật liệu, có điểm nóng chảy bất kỳ.

#### 5.2.2.2 Sản phẩm có hàm lượng nước cao hơn

Mẫu thử với hàm lượng nước cao hơn (ví dụ dạng nhão) trước khi xác định điểm kết tinh phải được làm khô trong mọi trường hợp, ví dụ trong tủ sấy tại nhiệt độ 60 °C hoặc trong chân không, v.v... Thực hiện xác định trên mẫu nóng chảy. Rót mẫu nóng chảy vào ống kết tinh (4.1) đến chiều cao khoảng 60 mm và tiến hành theo quy định trong 5.3.

Ngoài ra, với sản phẩm có điểm nóng chảy dưới 150 °C, thêm một ít canxi sulfat (3.4) (thông thường 2 g đến 5 g), vào trong ống kết tinh trước khi tiến hành xác định.

Phương pháp sấy, thời gian sấy hoặc phương pháp sấy khác phải được quy định trong phương pháp thử cụ thể đối với từng loại vật liệu.

**CHÚ THÍCH:** Trước khi xác định điểm kết tinh, mẫu thử dạng rắn phải được làm nóng chảy trong bồn cách thủy, tủ sấy hoặc trong bình chứa dầu [có thể thực hiện trong ống kết tinh sử dụng bình gia nhiệt (4.7)], gia nhiệt từ từ để đảm bảo rằng nhiệt độ của mẫu nóng chảy không cao hơn điểm nóng chảy vài độ.

### 5.3 Chuẩn bị thiết bị, dụng cụ

Cho que khuấy (4.3) vào trong ống kết tinh (4.1) đã chuẩn bị theo quy định trong 5.1 và 5.2. Đảm bảo rằng nhiệt kế chính xác (4.4) đặt thẳng đứng, ngập trong chất lỏng hoặc sản phẩm nóng chảy sao cho bầu nhiệt kế cách đáy ống kết tinh khoảng 15 mm so với đáy ống kết tinh. Lắp khít với ống bảo vệ bên ngoài (4.2) (dùng nút liê hoặc ống bọc cao su, nếu cần), và đặt tất cả vào vị trí sau:

- a) đối với điểm kết tinh nằm trong dải từ nhiệt độ phòng xuống khoảng  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ : rót đầy hỗn hợp lạnh thích hợp (carbon dioxide/axeton hoặc đá băng/nước hoặc nước) vào trong cốc Dewar tại nhiệt độ thấp hơn điểm kết tinh đã được xác định  $3\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- b) đối với điểm kết tinh nằm trong dải từ nhiệt độ phòng lên đến khoảng  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ : cho vào trong cốc Dewar (4.6);
- c) đối với điểm kết tinh nằm trong khoảng từ  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến khoảng  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ : cho vào trong bình gia nhiệt (4.7) tại nhiệt độ thấp hơn điểm kết tinh đã được xác định  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến  $7\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;

### 5.4 Phép xác định

Kiểm tra để mẫu thử vẫn ở dạng lỏng tại thời điểm thực hiện, khuấy mẫu thử và ghi lại số đọc nhiệt độ. Trước tiên, số đọc phải giảm đều, sau đó tăng đột ngột do chất kết tinh; thỉnh thoảng nhiệt độ duy trì ổn định trong một thời gian ngắn. Nếu nhiệt độ tăng vượt quá  $1\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến  $2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , điều này cho biết đã xảy ra hiện tượng lạnh quá mức. Trong trường hợp này, lặp lại việc xác định, kết tinh dạng lỏng hoặc dạng nóng chảy để ngăn ngừa hiện tượng lạnh quá mức. Đọc nhiệt độ cao nhất đạt được sau khi kết tinh và điều chỉnh số đọc để hiệu chỉnh sai số thang đo và độ nhạy thân thang đo. Ghi lại nhiệt độ chính xác đến  $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$  đối với điểm kết tinh của sản phẩm đang thử nghiệm.

CHÚ THÍCH 1: Có thể không dùng que khuấy mà sử dụng nhiệt kế làm que khuấy và khuấy bằng tay nhưng phải tiến hành cẩn thận để tránh nhiệt kế va vào thành ống kết tinh.

CHÚ THÍCH 2: Để xác định chính xác điểm kết tinh mẫu thử dạng rắn, điều cần thiết là làm nóng chảy mẫu thử mà không bị phân hủy. Kiểm tra điều này bằng cách lặp lại thử nghiệm và so sánh hai kết quả với nhau. Nếu kết quả cho hai nhiệt độ kết tinh là giống nhau, chứng tỏ rằng điều kiện trên là đạt.

## 6 Biểu thị kết quả

Ghi lại điểm kết tinh đã xác định chính xác đến  $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ , chỉ ra các điều kiện đối với mẫu thử, nghĩa là thử nghiệm trong điều kiện đã sấy hoặc chưa sấy, hoặc cả hai.



## 7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin cụ thể sau:

- a) Viện dẫn phương pháp sử dụng;
  - b) Kết quả thử nghiệm và đơn vị tính được sử dụng;
  - c) Mọi dấu hiệu bất thường ghi nhận trong quá trình xác định;
  - d) Thao tác bất kỳ không bao gồm trong tiêu chuẩn này hoặc lựa chọn tùy ý.
-