

Перспективы разработки стандартных образцов температуры плавления органических веществ

Казарцев Я. В., Корчагина Е. Н.

ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. С.-Петербург, Россия, e-mail: Y.V.Kazartsev@vniim.ru

Аннотация: решается задача разработки стандартных образцов температуры плавления органических веществ отечественного производства. Приводится описание эталонного комплекса, предназначенного для измерений температуры плавления и степени чистоты органических веществ – кандидатов на роль СО – в диапазоне от +40 до +250 °С. Рассматривается проблема рассогласования результатов измерений температуры плавления, получаемых различными методами, и предлагается способ её решения.

Ключевые слова: плавление, температура плавления, анализаторы температуры плавления, меры температуры, стандартные образцы температуры плавления

Область измерений температуры плавления чистых органических веществ включает широкий перечень лабораторного оборудования, производителями которого выступают известные зарубежные изготовители: Mettler Toledo, Buchi Labortechnik и т.д. Выпускаемые анализаторы температуры плавления отличаются высокой производительностью и степенью автоматизации процесса измерений, за счет чего получают широкое распространение в сфере медицины, биологии, производства парфюмерно-косметической продукции.

Метрологическое обеспечение таких анализаторов на текущий момент включает ряд стандартных образцов на основе чистых органических веществ – бензофенона, бензойной кислоты и кофеина, а также ряд импортных СО, исходными веществами для которых являются чистые химические вещества зарубежного производства. В настоящее время остро стоит вопрос об импортозамещении данных СО метрологическими средствами отечественного производства, не уступающими им по своим метрологическим характеристикам.

Для разработки отечественных СО во ВНИИМ им. Д.И. Менделеева создан эталонный комплекс, обеспечивающий возможности измерений температуры плавления и степени чистоты органических веществ в диапазоне от +40 до +250 °С с использованием методов классической термометрии и криоскопии [1]. Новый эталонный комплекс будет представлен на утверждение в качестве рабочего эталона температуры 2-го разряда в соответствии с новой Государственной поверочной схемой для СИ температуры, предусматривающей передачу единицы мерам температуры на основе органических веществ.

Рассмотрен принцип работы эталонного комплекса, приведена его функциональная схема, указаны основные характеристики и показатели точности. Представлены результаты экспериментальных исследований чистых органических веществ, планируемых к утверждению в качестве мер температуры плавления, и, в перспективе – в качестве многопараметрических стандартных образцов, включающих аттестованные значения температуры плавления и суммарной молярной доли примесей. Рассмотрен принцип обработки результатов измерений.

Обращает на себя внимание проблема рассогласования результатов измерений, получаемых различными методами – методами классической термометрии, криоскопии [2] (в условиях продолжительного термодинамического равновесия между жидкой и твердой фазами вещества при малой скорости нагрева), и методами экспресс-анализа, применяемыми в рабочих СИ – с большой скоростью нагрева образца в капилляре, либо в открытом тигле (методы ДСК), где условия термодинамического равновесия не выполняются.

Факт рассогласования результатов измерений потребовал от авторов проведения межлабораторных сличительных испытаний на образцах чистых органических веществ: бензофенона, бензойной кислоты, янтарной кислоты, антрацена – в дальнейшем – веществ-кандидатов на роль отечественных СО температуры плавления. Участники МСИ используют анализаторы температуры плавления различных производителей. После обработки всех полученных данных может быть принято решение о включении в паспорта разрабатываемых СО дополнительных характеристик измеряемой величины, связанных с режимом работы анализаторов и скоростью нагрева образца.

ЛИТЕРАТУРА

1. О создании эталонного комплекса для разработки мер температуры плавления на основе чистых органических веществ / Е.Н. Корчагина [и др.] // Современные методы и средства исследований теплофизических свойств веществ: сборник трудов V Международной научно-технической конференции, Санкт-Петербург, 23-24 мая 2019 г.: Университет ИТМО. С. 332.
2. Александров Ю.И. Точная криометрия органических веществ. Л.: Химия, 1975. 160 с.