

CZĘŚĆ A. METODY PRZEPROWADZANIA BADAŃ WŁAŚCIWOŚCI FIZYKOCHEMICZNYCH

A.1. TEMPERATURA TOPNIENIA/KRZEPNIĘCIA

1. METODA

Większość metod przedstawionych w pkt 1.4.–1.6. jest adaptacją Wytycznych OECD¹⁾. Podstawowe zasady metod są dostępne w piśmiennictwie^{2), 3)}.

1.1. Informacje ogólne

Metody i aparatura przedstawione w pkt 1.4.–1.6. służą do wyznaczenia temperatury topnienia substancji bez względu na stopień jej czystości. Wybór metody powinien być uzależniony od rodzaju badanej substancji. Podstawowym kryterium jest podatność substancji na dokładne rozdrobnienie (np. substancje łatwo rozdrabialne, trudno rozdrabialne albo niemożliwe do rozdrobnienia).

1.2. Definicje i jednostki

W rozumieniu rozporządzenia, temperatura topnienia to temperatura, przy której, w warunkach normalnego ciśnienia atmosferycznego (101,3 kPa), zachodzi przemiana fazowa substancji chemicznej ze stanu stałego w ciekły. Temperatura ta odpowiada dokładnie temperaturze krzepnięcia. W przypadku kiedy przemiana fazowa substancji zachodzi w szerszym zakresie temperatur, podawany jest zakres temperatury topnienia.

Przeliczenie jednostek (K na °C):

$$t = T - 273,15$$

gdzie:

t – temperatura w skali Celsjusza, wyrażona w stopniach Celsjusza (°C),

T – temperatura w skali termodynamicznej, wyrażona w kelwinach (K).

1.3. Substancje kontrolne

Nie ma potrzeby każdorazowego stosowania substancji kontrolnych. Substancje kontrolne powinny być stosowane do okresowego sprawdzania metody i porównywania z innymi metodami. Niektóre substancje służące do wzorcowania zostały wymienione w piśmiennictwie⁴⁾.

1.4. Zasady stosowanych metod badań

Należy wyznaczyć temperaturę (zakres temperatury) przemiany fazowej substancji ze stanu stałego w ciekły lub ze stanu ciekłego w stały. W praktyce wyznacza się temperaturę początku topnienia/krzepnięcia i końcowego etapu tej przemiany podczas ogrzewania/chłodzenia próbek substancji badanego w warunkach normalnego ciśnienia atmosferycznego. Zaleca się pięć podstawowych metod: metoda kapilary, metoda stanów gorących, oznaczanie temperatury krzepnięcia, metoda analizy termicznej i oznaczanie temperatury płynięcia (dla produktów ropopochodnych oraz substancji oleistych o niskiej temperaturze topnienia).

¹⁾ OECD, Paris, 1981, Test Guideline 102, Decision of the Council C(81) 30 final.

²⁾ IUPAC, B. Le Neindre, B. Vodar, eds. Experimental Thermodynamics, Butterworths, London 1975, Vol. II, 803-834.

³⁾ R. Weisseberger ed.: Technique of Organic Chemistry, Physical Methods of Organic Chemistry, 3rd ed., Interscience Publ., New York, 1959, Vol. I Part I, Chapter VII.

⁴⁾ IUPAC, Physicochemical measurements: Catalogue of reference materials from national laboratories, Pure and applied chemistry, 1976, Vol. 48, 505-515.

1.4.1. Metoda kapilary

1.4.1.1. *Oznaczanie temperatury topnienia w urządzeniu z łąźnią*

Małą ilość dobrze rozdrobionej substancji należy umieścić w rurce kapilarnej i dokładnie ubić. Rurkę ogrzać razem z termometrem i podczas topnienia ogrzewać z szybkością 1 K/min. Należy oznaczyć temperaturę początku i końca topnienia.

1.4.1.2. *Oznaczanie temperatury topnienia w bloku metalowym*

Postępować tak, jak opisano w pkt 1.4.1.1., jednakże termometr i rurkę kapilarną należy umieścić w ogrzewanym bloku metalowym. Obserwacji dokonuje się przez otwór w bloku.

1.4.1.3. *Detekcja fotokomórkowa*

Próbka w rurce kapilarnej jest ogrzewana automatycznie w cylindrze metalowym. Przez otwór w cylindrze wiązka światła jest kierowana przez próbkę do precyzyjnie wykalibrowanej fotokomórki. Właściwości optyczne większości substancji, podczas topnienia, zmieniają się od nieprzepuszczających światła do przepuszczających. W wyniku stopienia próbki natężenie światła padającego na fotokomórkę wzrasta, co powoduje przesyłanie sygnału zatrzymania cyfrowego wskaźnika, wskazującego temperaturę oporowego termometru platynowego umieszczonego w komorze grzewczej. Metoda ta nie jest odpowiednia do badania mocno zabarwionych substancji chemicznych.

1.4.2. Metoda stanów gorących

1.4.2.1. *Gorący pręt Koflera*

Metoda z zastosowaniem gorącego pręta Koflera polega na użyciu dwóch metali o różnym przewodnictwie cieplnym, ogrzewanych elektrycznie. Gorący pręt Koflera wykonany jest w taki sposób, że temperatura zmienia się wzdłuż niego prawie liniowo. Temperatura gorącego pręta może się zmieniać od 283 K do 543 K i jest odczytywana oraz zapisywana za pomocą rejestratora. W celu oznaczenia temperatury topnienia, na powierzchni pręta umieścić należy cienką warstwę sproszkowanej substancji. W ciągu kilku sekund powstaje linia rozdzielająca między fazą stałą i ciekłą. Temperatura linii rozdzielającej jest odczytywana przez przesunięcie wskaźnika rejestratora na linię.

1.4.2.2. *Mikroskop stapiający*

Mikroskop do oznaczania temperatury topnienia metodą stanów gorących ma zastosowanie do wyznaczania temperatury topnienia bardzo małej ilości substancji. Najczęściej temperatura stanów gorących mierzona jest czułą termoparą, czasem stosuje się także termometry rtęciowe. Typowy mikroskop do wyznaczania temperatury topnienia metodą stanów gorących jest wyposażony w komorę grzewczą z płytką metalową, na której umieszcza się próbkę. Na środku płytki znajduje się otwór, przez który przechodzi światło odbite od lusterka mikroskopu. W czasie pomiaru, w celu odciążenia dopływu powietrza, komorę należy zamknąć płytką szklaną. Ogrzewanie próbki regulować można za pomocą opornika nastawnego. Przy bardzo precyzyjnych pomiarach substancji anizotropowych zaleca się stosowanie światła spolaryzowanego.

1.4.2.3. *Metoda menisku*

Metoda ma zastosowanie w szczególności do poliamidów. Wzrokowo oznaczyć należy moment, przy którym temperatura osiągnięta przez substancję powoduje zmianę menisku oleju silikonowego znajdującego się pod płytką szklaną wspartą na badanej substancji poliamidowej.

1.4.3. Oznaczanie temperatury krzepnięcia

Próbkę umieszczoną w specjalnej probówce wprowadzić należy do aparatu do oznaczania temperatury krzepnięcia. Podczas ochładzania próbkę mieszać delikatnie w sposób ciągły, odczytując i rejestrując temperaturę w odpowiednich przedziałach czasu. Jeżeli temperatura pozostaje stała w czasie kilku odczytów (z uwzględnieniem błędu termometru), uznać ją można za temperaturę krzepnięcia.

1.4.4. Metoda analizy termicznej

1.4.4.1. Różnicowa analiza termiczna (DTA)

W metodzie tej rejestruje się różnice temperatur pomiędzy badaną substancją i substancją kontrolną w funkcji temperatury w warunkach gdy substancje ogrzewane są zgodnie z zaprogramowanym wzrostem temperatury. Jeżeli próbka ulega przemianie połączonej ze zmianą entalpii, zmiana ta jest rejestrowana jako endotermiczne (topnienie) lub egzotermiczne (krzepnięcie) odchylenie od linii podstawowej rejestrującej temperaturę.

1.4.4.2. Różnicowa kalorymetria skaningowa (DSC)

W metodzie tej rejestrowana jest różnica energii dostarczonej do badanej substancji i do substancji kontrolnej w funkcji temperatury gdy substancje te ogrzewane są zgodnie z zaprogramowanym wzrostem temperatury. Energia ta jest niezbędna do ustalenia zerowej różnicy temperatury pomiędzy badaną substancją i substancją kontrolną. Jeżeli próbka ulega przemianie połączonej ze zmianą entalpii, zmiana ta jest rejestrowana jako endotermiczne (topnienie) lub egzotermiczne (krzepnięcie) odchylenie od linii podstawowej rejestrującej strumień ciepła.

1.4.5. Oznaczanie temperatury płynięcia

Metoda ta została opracowana dla produktów ropopochodnych i jest odpowiednia do badania substancji oleistych o niskiej temperaturze topnienia. Po wstępnym podgrzaniu, próbkę należy chłodzić z odpowiednią szybkością i przy każdym spadku temperatury o 3 K dokonywać oceny w celu określenia charakterystyki płynięcia. Najniższą temperaturę, przy której ruch substancji jest jeszcze obserwowany, uznać należy za temperaturę płynięcia.

1.5. Kryteria wiarygodności badań

Przydatność i dokładność różnych metod zastosowanych do wyznaczania temperatury topnienia/zakresów temperatury topnienia zostały zamieszczone w tabelach A.1.1.A.-D.

TABELA A.1.1. PRZYDATNOŚĆ METOD STOSOWANYCH DO WYZNACZANIA TEMPERATURY TOPNIENIA/ZAKRESÓW TEMPERATURY TOPNIENIA

A. Metody kapilary

| Metoda pomiaru | Substancje podatne na rozdrobnienie | Substancje niepodatne na rozdrobnienie | Zakres temperatury | Oszacowana dokładność ^{a)} | Aktualna norma |
|--|-------------------------------------|--|--------------------|-------------------------------------|----------------|
| Oznaczanie temperatury topnienia w urządzeniu z łąźnią | przydatna | częściowo przydatna | 273 K do 573 K | ± 0,3 K | JIS K 0064 |
| Oznaczanie temperatury topnienia w bloku metalowym | przydatna | częściowo przydatna | 293 K do >573 K | ± 0,5 K | ISO 1218 (E) |
| Detekcja foto-komórkowa | przydatna | szereg substancji, za pomocą urządzeń | 253 K do 573 K | ± 0,5 K | - |

^{a)} Zależnie od typu aparatu i stopnia czystości substancji.

B. Metody stanów gorących i oznaczanie temperatury krzepnięcia

| Metoda pomiaru | Substancje podatne na rozdrobnienie | Substancje niepodatne na rozdrobnienie | Zakres temperatury | Oszacowana dokładność ^{b)} | Aktualna norma |
|------------------------------------|-------------------------------------|--|--------------------|-------------------------------------|----------------------|
| Gorący pręt Koflera | przydatna | nieprzydatna | 283 K do >533 K | ± 1,0 K | ANSI/ASTM, D 3451-76 |
| Mikroskop stapiający | przydatna | częściowo przydatna | 273 K do >573 K | ± 0,5 K | DIN 53736 |
| Metoda menisku | nieprzydatna | specyficzna dla poliamidów | 293 K do >573 K | ± 0,5 K | ISO 1218 (E) |
| Oznaczanie temperatury krzepnięcia | przydatna | przydatna | 273 K do 573 K | ± 0,5 K | BS 4695 |

^{b)} Zależnie od typu aparatu i stopnia czystości substancji.

C. Metody analizy termicznej

| Metoda pomiaru | Substancje podatne na rozdrobnienie | Substancje niepodatne na rozdrobnienie | Zakres temperatury | Oszacowana dokładność ^{a)} | Aktualna norma |
|-----------------------------------|-------------------------------------|--|--------------------|---------------------------------------|----------------|
| Różnicowa analiza termiczna | przydatna | przydatna | 173 K do 1273 K | do 600 K ± 0,5 K do 1273 K ± 2,0 K | ASTM E 537-76 |
| Różnicowa kalorymetria skaningowa | przydatna | przydatna | 173 K do 1273 K | do 600 K ± 0,5 K do 1273 K ± 2,0 K | ASTM E 537-76 |

^{a)} Zależnie od typu aparatu i stopnia czystości substancji.

D. Oznaczanie temperatury płynięcia

| Metoda pomiaru | Substancje lub preparaty chemiczne podatne na rozdrobnienie | Substancje lub preparaty chemiczne niepodatne na rozdrobnienie | Zakres temperatury | Oszacowana dokładność ^{b)} | Aktualna norma |
|-----------------------|---|--|--------------------|-------------------------------------|----------------|
| Temperatura płynięcia | dla produktów ropopochodnych i substancji oleistych | dla produktów ropopochodnych i substancji oleistych | 223 K do 323 K | ± 3,0 K | ASTM D 97-66 |

^{b)} Zależnie od typu aparatu i stopnia czystości substancji.

1.6. Opis metod

Badania należy wykonywać zgodnie z procedurami zamieszczonymi w normach międzynarodowych i krajowych wymienionych w tabeli A.1.2.

TABELA A.1.2. WYKAZ NORM DOTYCZĄCYCH WYZNACZANIA TEMPERATURY TOPNIENIA/KRZEPNIĘCIA

| 1. Metoda z kapilarą | |
|--|---|
| 1.1. Wyznaczanie temperatury topnienia w aparacie z łaźnią | |
| ASTM E 324-69 | Standardowa metoda badania względnej początkowej i końcowej temperatury topnienia oraz zakresu temperatur topnienia związków organicznych (Standard test method for relative initial and final melting points and the melting range of organic chemicals) |
| BS 4634 | Metoda oceny temperatury topnienia i/lub zakresu temperatur topnienia (Method for determination of melting point and/or melting range) |
| DIN 53181 | Oznaczanie przedziału topnienia żywic za pomocą metod kapilarnych (Bestimmung des Schmelzintervalles von Harzen nach Kapillarverfahren) |
| JIS K 0064 | Metody badania temperatury topnienia produktów chemicznych (Testing methods for melting point of chemical products) |

| | |
|--|--|
| 1.2. Wyznaczanie temperatury topnienia w aparacie z blokiem metalowym | |
| DIN 53736 | Wizualne oznaczanie temperatur topnienia quazi-krystalicznych tworzyw sztucznych (Visuelle Bestimmung der Schmelztemperatur von teilkristallinen Kunststoffen) |
| ISO 1218 (E) | Wyznaczanie temperatury topnienia metodą plastyczno-poliamidową (Plastics-polyamides-determination of „melting point”) |
| 2. Metoda stanów gorących | |
| 2.1. Metoda Koflera | |
| ANSI/ASTM D 3451-76 | Zalecana standardowa praktyka badania powłok proszkowych (Standard recommended practices for testing polymeric powder coatings) |
| 2.2. Mikroskop stapiający | |
| DIN 53736 | Wizualne oznaczanie temperatur topnienia quazi-krystalicznych tworzyw sztucznych (Visuelle Bestimmung der Schmelztemperatur von teilkristallinen Kunststoffen) |
| 2.3. Metoda menisku (poliamidy) | |
| ISO 1218 (E) | Wyznaczanie temperatury topnienia metodą plastyczno-poliamidową (Plastics-polyamides-determination of „melting point”) |
| ANSI/ASTM 2133 | Wykaz metod stosowanych do wtryskiwania żywic acetalowych do form i materiałów wytłaczanych (Standard specification for acetal resin injection moulding and extrusion materials) |
| NF T 51-050 | Określenie temperatury topnienia żywic poliamidowych metodą menisku (Resines de polyamides. Determination du „point de fusion” methode du menisque) |
| 3. Metoda wyznaczania temperatury krzepnięcia | |
| BS 4633 | Metoda wyznaczania punktu krystalizacji (Method for the determination of crystallising point) |
| BS 4695 | Metoda wyznaczania temperatury topnienia wosków ropopochodnych - krzywa chłodzenia (Method for determination of melting point of petroleum wax cooling curve) |
| DIN 51421 | Oznaczanie temperatury krzepnięcia paliw lotniczych, gaźnikowych i benzyn silnikowych (Bestimmung des Gefreipunktes von Flugkraftstoffen, Ottokraftstoffen und Motorenbenzinen) |
| ISO 2207 | Określanie temperatury krzepnięcia wosków ropopochodnych (Cire de petrole: determination de la temperature de figeage) |
| NFT 60-114 | Temperatura topnienia parafin (Point de fussion des paraffines) |
| NFT 20-051 | Metoda określenia temperatury krystalizacji (temperatury krzepnięcia) (Methode de determination du point de cristallisation (point de congelation)) |
| ISO 1392 | Metoda wyznaczania temperatury krzepnięcia (Method for the determination of the freezing point) |
| 4. Analiza termiczna | |
| 4.1. Różnicowa analiza termiczna | |
| ASTM E 537-76 | Standardowa metoda oceny stabilności termicznej związków chemicznych metoda różniczkowej analizy termicznej (Standard method for assessing the thermal stability of chemicals by methods of differential thermal analysis) |
| ASTM E 473-85 | Definicje składników odnoszących się do analizy termicznej (Standard definitions of terms relating to thermal analysis) |
| ASTM E 472-86 | Standardowe procedury przedstawiania wyników analizy termicznej (Standard practice for thermoanalytical data) |
| DIN 51005 | Analizy termiczne: pojęcia (Thermische Analyse, Begriffe) |
| 4.2. Różnicowa kalorymetria skaningowa | |
| ASTM E 537-76 | Standardowa metoda oceny stabilności termicznej związków chemicznych metoda różniczkowej analizy termicznej (Standard method for assessing the thermal stability of chemicals by methods of differential thermal analysis) |
| ASTM E 473-85 | Definicje składników odnoszących się do analizy termicznej (Standard definitions of terms relating to thermal analysis) |
| ASTM E 472-86 | Standardowe procedury przedstawiania wyników analizy termicznej (Standard practice for reporting thermoanalytical data) |
| DIN 51005 | Analizy termiczne, pojęcia (Thermische Analyse, Begriffe) |

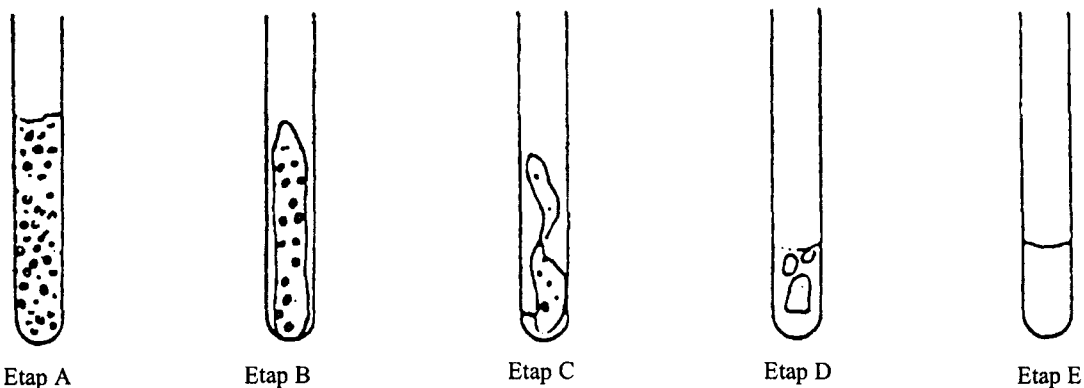
| 5. Wyznaczanie temperatury płynięcia | |
|--------------------------------------|--|
| NBN 52014 | Pobieranie próbek i analiza produktów ropopochodnych: temperatura krytyczna rozpuszczania i granica plastyczności (Echantillonnage et analyse des produits du petrole: Point de trouble et point d'écoulement limite - Monsterneming en ontleding van aardolieproducten: Troebelingspunt en vloeipunt) |
| ASTM D 97-66 | Standardowa metoda testowania temperatury krzepnięcia olejów napędowych (Standard test method for pour point of petroleum oils) |
| ISO 3016 | Oleje napędowe - wyznaczenie temperatury krzepnięcia (Petroleum oils - Determination of pour point) |

W pkt 1.6.1.–1.6.5. zamieszczone są niektóre istotne informacje dotyczące sposobu przeprowadzenia badań.

1.6.1. Metody kapilary

Podczas powolnego wzrostu temperatury, w dokładnie rozdrobnionej substancji można zwykle zauważyć stadia topnienia pokazane na rysunku A.1.

Rysunek A.1.



Etap A: (początek topnienia): małe kropelki przylegają do wewnętrznej ścianki kapilary.

Etap B: pojawia się przestrzeń między próbką i wewnętrzną ścianką na skutek kurczenia się topionej substancji.

Etap C: skurczona próbka opada i zaczyna przechodzić w stan ciekły.

Etap D: na powierzchni tworzy się menisk, pewna ilość próbki pozostaje stała.

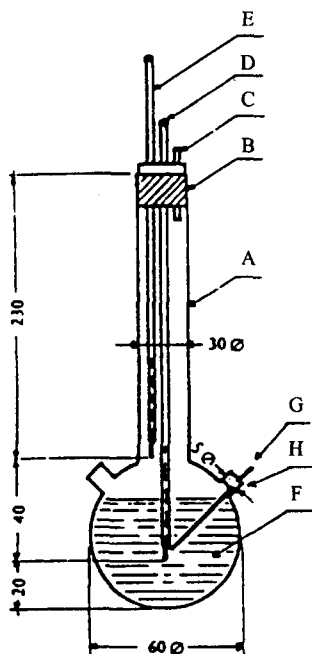
Etap E: (koniec topnienia): brak stałych cząstek.

W czasie wyznaczania temperatury topnienia rejestrować należy temperaturę początku topnienia i temperaturę etapu końcowego.

1.6.1.1. Aparat do oznaczania temperatury topnienia w łaźni

Na rysunku A.2. pokazano znormalizowaną aparaturę szklaną (norma JIS 0064), wszystkie wymiary podane są w mm.

Rysunek A.2.



A: Naczynie pomiarowe

B: Zatyczka

C: Odpowietrzenie

D: Termometr

E: Dodatkowy termometr

F: Łaźnia

G: Kapilara szklana o długości od 80 do 100 mm, średnicy wewnętrznej $1,0 \pm 0,2$ mm i grubości ścianki 0,2 do 0,3 mm

H: Gniazdo kapilary

Łaźnia:

Ciecz należy dobrać w zależności od temperatury topnienia: np. ciekłą parafinę stosować można do substancji o temperaturze topnienia nie wyższej niż 473 K, olej silikonowy do substancji o temperaturze topnienia nie wyższej niż 573 K.

Dla substancji o temperaturze topnienia powyżej 523 K można zastosować mieszaninę zawierającą 3 części wagowe kwasu siarkowego i 2 części wagowe siarczanu potasu.

Przy stosowaniu tej mieszaniny należy przedsięwziąć szczególne środki ostrożności.

Termometr:

Należy stosować termometry, które spełniają wymagania norm: ASTM E 1-71, DIN 12770, JIS K 8001.

Procedura:

Wysuszoną substancję należy dokładnie rozdrobnić w moździerzu laboratoryjnym i umieścić w kapilarze zatopionej na jednym końcu w taki sposób, żeby wysokość napełnienia po ubiciu wynosiła około 3 mm. Aby otrzymać jednolicie upakowaną próbkę, kapilarę upuszcza się na szkiełko zegarkowe pionowo przez rurkę szklaną z wysokości około 700 mm.

Napełnioną kapilarę umieścić należy w łaźni w taki sposób, aby środkowa część bańki termometru z rtęcią dotykała kapilary w tej części, gdzie znajduje się próbka. Należy zachować w aparacie temperaturę co najmniej 10 K niższą od spodziewanej temperatury topnienia substancji.

Łaźnię podgrzewać tak, aby przyrost temperatury wynosił około 3 K/min. Płyn w łaźni należy mieszać. W temperaturze około 10 K poniżej spodziewanej temperatury topnienia przyrost temperatury zmniejszyć należy do około 1 K/min.

Obliczenia:

Temperaturę topnienia oblicza się następująco:

$$T = T_D + 0,00016 (T_D - T_E) n$$

gdzie:

- T – skorygowana temperatura topnienia wyrażona w K,
- T_D – temperatura wyrażona w K odczytana z termometru D,
- T_E – temperatura wyrażona w K odczytana z termometru E,
- n – ilość podziałek, o które przesunęła się rtęć na termometrze D.

1.6.1.2. Urządzenie do pomiaru temperatury topnienia z metalowym blokiem

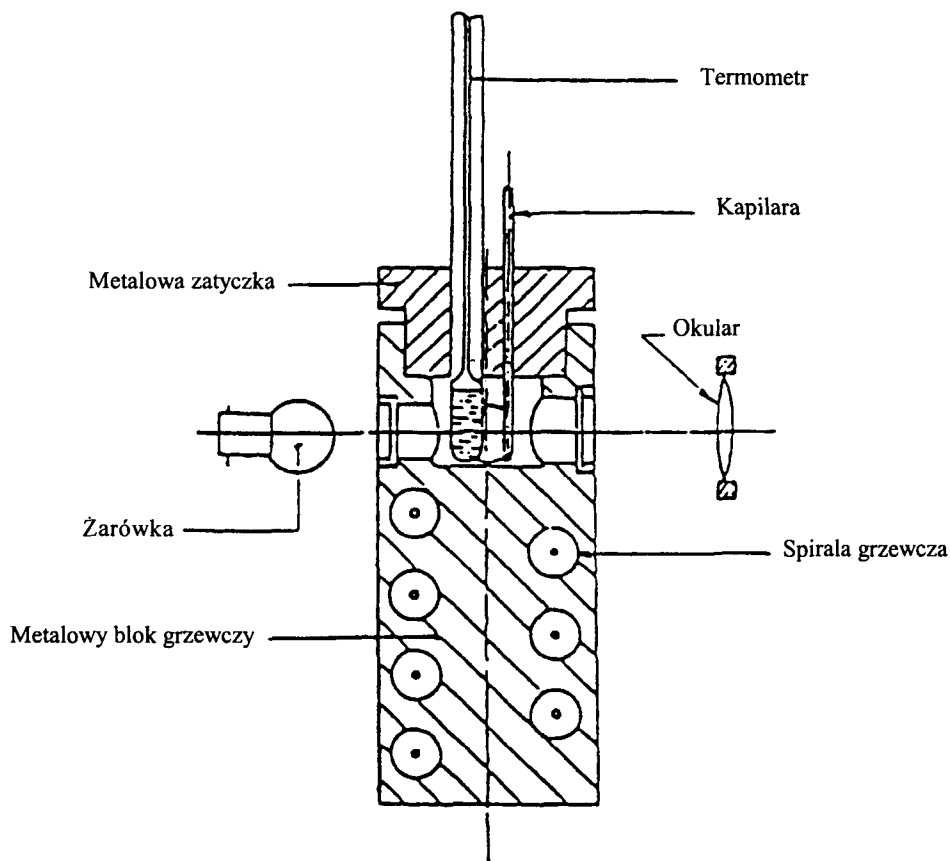
Aparat złożony jest z:

- cylindrycznego metalowego bloku, który w górnej części posiada wydrążenia tworzące komorę (rysunek A.3.),
- metalowej zatyczki z przynajmniej dwoma otworami, z możliwością montowania rurek w bloku metalowym,
- systemu ogrzewania bloku metalowego, wyposażonego np. w opornik elektryczny wbudowany w blok,
- opornika o zmiennej regulacji doprowadzanej mocy, jeżeli zastosowane zostało ogrzewanie elektryczne,
- czterech wżerników szklanych odpornych na temperaturę umieszczonych w bocznych ściankach komory, rozmieszczonych prostopadle jeden do drugiego. W jednym z otworów wmontowano okular do obserwacji kapilary, a pozostałe trzy służą do oświetlania wnętrza przy pomocy żarówek,
- kapilary wykonanej ze szkła odpornego na wysoką temperaturę, zatopionej na jednym końcu podobnie jak w metodzie oznaczania temperatury topnienia w łaźni.

Termometr:

Należy stosować termometry, które spełniają wymagania norm: ASTM E 1-71, DIN 12770, JIS K 8001.

Rysunek A.3.



1.6.1.3. *Detekcja fotokomórkowa*

Aparatura i procedura

Aparatura zawiera komorę metalową z automatycznym układem grzania. Kapilary należy napęlić zgodnie z opisem podanym w poprzedniej metodyce i umieścić w piecu.

W czasie wzorcowania aparatu należy kilkakrotnie rozgrzać go tak, aby odpowiednia temperatura była osiągana według wybranej wcześniej progresji liniowej. Rejestratory wskazują aktualną temperaturę pieca i temperaturę substancji w kapilarze.

1.6.2. Metoda stanów gorących

1.6.2.1. *Gorący pręt Koflera*

Badania należy prowadzić zgodnie z normami wymienionymi w tabeli A.1.2.

1.6.2.2. *Mikroskop stapiający*

Badania należy prowadzić zgodnie z normami wymienionymi w tabeli A.1.2.

1.6.2.3. *Metoda menisku (poliamidy)*

Badania należy prowadzić zgodnie z normami wymienionymi w tabeli A.1.2. Szybkość ogrzewania w czasie osiągnięcia temperatury topnienia powinna być mniejsza niż 1 K/min.

1.6.3. Oznaczanie temperatury krzepnięcia

Badania należy prowadzić zgodnie z normami wymienionymi w tabeli A.1.2.

1.6.4. Metody analizy termicznej

1.6.4.1. *Różnicowa analiza termiczna*

Badania należy prowadzić zgodnie z normami wymienionymi w tabeli A.1.2.

1.6.4.2. *Różnicowa kalorymetria skaningowa*

Badania należy prowadzić zgodnie z normami wymienionymi w tabeli A.1.2.

1.6.5. Wyznaczanie temperatury płynięcia

Badania należy prowadzić zgodnie z normami wymienionymi w tabeli A.1.2.

2. WYNIKI BADAŃ

W niektórych przypadkach konieczne mogą okazać się poprawki korygujące wskazania termometru.

3. SPRAWOZDANIE

Sprawozdanie powinno zawierać, z uwzględnieniem zakresu przeprowadzonych badań, następujące informacje:

- opis zastosowanej metody,
- dokładny opis substancji (identyfikacja oraz zanieczyszczenia), a także opis wstępnego etapu oczyszczania, jeżeli zostało ono zastosowane,
- oszacowanie dokładności.

Jako temperaturę topnienia podaje się średnią, co najmniej z dwóch pomiarów wykonanych z odpowiednią dokładnością (tabele A.1.1.A.-D.).

Jeżeli różnica pomiędzy temperaturą początkowego i końcowego etapu topnienia mieści się w granicach dokładności metody, jako temperaturę topnienia podać należy temperaturę etapu końcowego, w innym przypadku podaje się obydwie temperatury.

Jeżeli substancja ulega rozkładowi lub sublimacji przed osiągnięciem temperatury topnienia, podać należy temperaturę, przy której zaobserwowano to zjawisko.

Ponadto, w sprawozdaniu zamieszcza się wszystkie informacje i uwagi niezbędne do interpretacji wyników, szczególnie dotyczące zanieczyszczeń i fizycznej postaci substancji.