

ICS 13.300
A 80



中华人民共和国国家标准

GB/T 21781—2008

GB/T 21781—2008

化学品的熔点及熔融范围试验方法 毛细管法

Test methods for melting point and melting range of chemical products—
Capillary tube method

中华人民共和国
国家标准
化学品的熔点及熔融范围试验方法
毛细管法

GB/T 21781—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

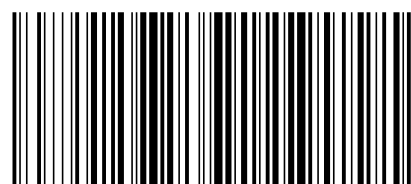
*

书号:155066·1-32162 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 21781—2008

2008-05-12 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

6 熔融范围的试验方法

6.1 方法原理

熔融范围是指烧结点至全熔点的温度范围。

6.2 仪器与设备

同 5.1.2。

6.3 样品预处理

同 5.1.3。

6.4 测定步骤

按 5.1.4.1 装好样品,按以下步骤进行测定。

6.4.1 加热传热液体,使其温度缓慢升至低于预期熔化温度约 10℃。

6.4.2 调整传热液体的液面与温度计的浸没线一致。插入已装填样品的毛细管,并将其固定,使毛细管中装有样品的部位紧挨温度计水银球的中部。

6.4.3 以约 3℃/min 速率加热传热液体,当温度升至低于预期温度约 5℃时,降低加热速率至约 1℃/min。

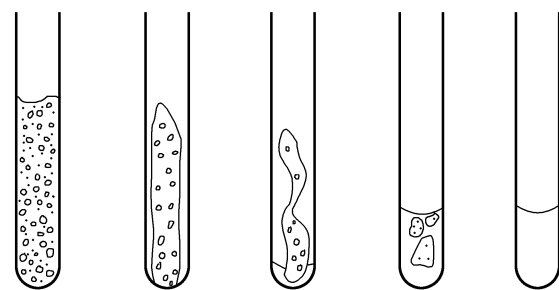
6.4.4 仔细观察样品,读出烧结点温度(经过润湿点),精确到最小刻度的十分之一,测得烧结点温度。

6.4.5 继续观察全熔点,经过塌陷点和半月点,读出全熔点的温度,精确到最小刻度的十分之一,得到测量值。

6.4.6 重复从装填样品到 6.4.5 的步骤至少三次,取平均值,得到烧结点和全熔点。从烧结点到全熔点的温度范围就是测得被测化合物的熔融范围。

注:当样品受热后将观察到以下五个变化过程(见图 4)。

- a) 润湿点 在样品和玻璃壁表面形成均匀的小液滴的阶段。
- b) 烧结点 当样品开始粘结,在玻璃内壁与样品之间形成缝隙的阶段。
- c) 塌陷点 样品开始塌陷并熔到毛细管底部的阶段。
- d) 半月点 塌陷的样品有部分还留在液体内,液体上方形成完整的半月面的阶段。
- e) 全熔点 固体样品完全液化的阶段。



a) 润湿点 b) 烧结点 c) 塌陷点 d) 半月点 e) 全熔点

图 4 受热时样品的变化过程

7 操作化学品的注意事项

操作化学品时,首先要确定产品的术语和安全性。若因产品的物理性能不够详细而不能确定产品的安全性时,先对其进行调查研究,等有充分的安全计划再进行操作。

操作法律上限制使用的有毒、有害、放射性的化学品时,应该按照相关的法律法规在提供充分的准备和计划后才进行操作。

前 言

本标准等同采用 JIS K 0064:1992《化学品熔点和熔程的测定方法》(英文版)。

本标准由全国危险化学品管理标准化技术委员会(SAC/TC 251)提出并归口。

本标准起草单位:广东出入境检验检疫局、湖北出入境检验检疫局、深圳出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:刘莹峰、翟翠萍、周明辉、李丹、李全忠、郑建国、崔海容、郭坚、李英、黎庆翔。

本标准为首次发布。

100 mm²/s。

5.1.2.4 盖子

由四氟乙烯树脂、橡胶或软木制成。

5.1.2.5 温度计

日本药典(第12次修订版)中规定的 No. 1 至 No. 6 带有浸没线(粘贴型)的温度计,若预期的熔点为 70℃或更低,可选用 GB/T 514 中规定的 GB-54 和 GB-55 温度计。

5.1.2.6 毛细管

用硬质玻璃制成的、一端封闭的管,内径为 0.8 mm~1.2 mm,壁厚为 0.2 mm~0.3 mm,长度约为 150 mm。

5.1.2.7 加热器

能将液体从低于预期熔点温度 15℃加热到高于预期的熔点温度 5℃,能控制传热液体的升温速率约为 3℃/min 或 1℃/min。

5.1.2.8 干燥器

内盛硅胶作为干燥剂。

5.1.3 样品预处理

将样品研磨成细粉,若无特别要求,样品应在干燥器内干燥 24 h。

5.1.4 测定步骤

5.1.4.1 将干燥后的样品装进一端封闭的毛细管,直立,封闭端在下,另取一长约 70 cm 的干燥玻璃管,直立于玻璃碟或瓷碟上,将装有样品的毛细管在其中投落数次,直至毛细管内样品压紧至约为 3 mm 高。

5.1.4.2 加热传热液体,缓慢升温至低于预期熔点约 10℃的温度。

5.1.4.3 调整传热液体的液面与温度计的浸没线保持一致。

5.1.4.4 按图 1 或图 2 所示固定装有样品的毛细管。

5.1.4.5 以约 3℃/min 的速率加热传热液体,当温度升至低于预期熔点约 5℃,降低升温速率至约 1℃/min。

5.1.4.6 当毛细管内没有可辨识的固体样品时(即全部液化时),读取此时温度计的读数(精确到最小刻度的十分之一),即为该样品的熔点,将其作为熔点的一个测量值。

5.1.4.7 重复 5.1.4.1 至 5.1.4.6 的步骤至少三次,取平均值,并修约至小数点后一位,得到熔点。

5.2 仪器法

5.2.1 方法原理

加热毛细管中的样品,用仪器检测到其相变过程或相变时透光率的变化而引起的电流波动,记录当时的温度,以确定熔点。

注:这种方法不适用于熔融状态下光学不透明的样品的检测。

5.2.2 仪器与设备

5.2.2.1 仪器

所用测量设备如图 3 所示。必要时,将利用本装置对已知熔点物质测得的结果与按照 5.1 法测得的值进行比较,确证二者之间无差异。

化学品的熔点及熔融范围试验方法 毛细管法

1 范围

本标准规定了化学品的熔点及熔融范围的试验方法—毛细管法。

本标准适用于化学品的熔点及熔融范围的测定,是温度范围从高于室温到 300℃的通用方法。

注 1: 熔点适用于具有确定熔点的物质。

注 2: 熔融范围适用于(如玻璃、无定型体,或如油、脂、蜡、凡士林等多组分混合物)无确定熔点的物质。

注 3: 若其他个别产品或某一系列产品的标准中规定的检测方法不是本标准中的方法,建议按本标准的方法进行试验。

注 4: 本标准描述的方法是一般方法,适用于安全性很好的化学制品。对于有些化学品,由于其挥发性、爆炸性或放射性,不能保证试验的安全,不适用本标准。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 514 石油产品试验用玻璃液体温度计技术条件

GB/T 8170 数值修约规则

JIS K 0050 化学分析通则

JIS K 0211 分析化学的技术术语(通用部分)

JIS R 3503 化学分析用的玻璃器皿

日本药典(第 12 次修订版)

3 术语和定义

JIS K 0050 和 JIS K 0211 确立的术语和定义适用于本标准。

4 通用要求

本标准中测定方法的通用要求应符合 JIS K 0050 的要求。

玻璃器皿应符合 JIS R 3503 的要求,数值修约应符合标准 GB/T 8170 的要求。

5 熔点的试验方法

测定熔点的方法可采用以下任何一种方法进行:

- 目测法;
- 仪器法。

5.1 目测法

5.1.1 方法原理

加热置于传热液体中的玻璃毛细管内的样品,通过目视观测熔点。

5.1.2 仪器与设备

5.1.2.1 熔点测定装置

将装有样品的毛细管固定在温度计上,使得毛细管中装有样品的部分紧贴温度计水银球的中部,将其浸入到加热装置中传热液体的中心离底部 20 mm 高的位置,如图 1 所示。