

ICS 71.040.01  
G 04



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 28724—2012

GB/T 28724—2012

## 固体有机化学品熔点的测定 差示扫描量热法

Determination of melting temperature for chemicals (pharmaceuticals)—  
Differential scanning calorimetry (DSC)

中华人民共和国  
国家标准  
固体有机化学品熔点的测定  
差示扫描量热法  
GB/T 28724—2012

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

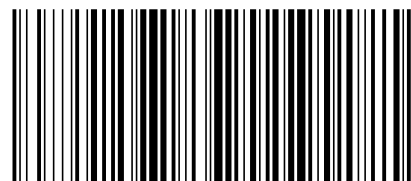
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字  
2012年11月第一版 2012年11月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-45800 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)68510107



GB/T 28724-2012

2012-09-03 发布

2013-02-01 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 分析步骤

### 6.1 仪器的校准

在与被测样品相同的升温速率、同种类保护气及流速的试验条件下对仪器温度进行校准,校准程序按照 ASTM E 967 进行。

### 6.2 样品测试

6.2.1 选取洁净、干燥的样品皿,在已知质量的样品皿中,称取 1 mg~15 mg 样品,精确至 0.01 mg,密封试样于样品皿中。

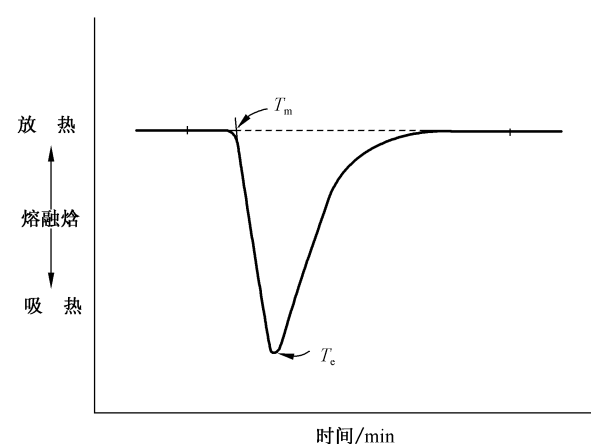
6.2.2 将装有试样的样品皿放入量热池,稳定通入干燥的保护气(氮气或其他惰性气体),保护气流速 10 mL/min~50 mL/min,保护气纯度大于 99.99%。

6.2.3 将样品快速升温至比估计熔点低 30 °C 的温度,在此稳定下将样品恒温 5 min。

6.2.4 对样品以 10 °C/min 进行程序升温并使之熔化,观察熔融峰的变化,继续升温至熔融峰回到基线并保持一段时间,以确保样品熔融峰前后至少 3 min 基线;可以改变试验的升温速率,应在结果报告中给出使用的升温速率。

6.2.5 试验结束后将样品冷却至室温,重新称量样品,如质量损失超过 5% 需要重新测试。

6.2.6 做出焓变曲线基线,通过基线与焓变曲线起始熔融段的切线延伸相交得到熔点  $T_m$ ,如图 1 所示。



注:  $T_c$ ——熔融峰温度。

图 1 典型 DSC 熔融曲线

## 7 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- 样品说明,包括样品的来源及样品的前处理情况。
- 仪器说明。
- 温度校准过程说明。
- 试验条件说明,包括保护气种类及流速、样品称样量、封装情况及程序升温条件。
- 如发现熔融过程中存在因热降解、氧化等导致的样品质量的变化,需进行说明。
- 熔点的测定结果精确至小数点后 1 位。

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法参考 ASTM E 794:2006《热分析测定熔点和结晶点的标准试验方法》(Standard test method for melting and crystallization temperatures by thermal analysis)编制。本标准仅采用其中熔点的标准试验方法,对结晶点未作说明。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位:山东省检验检疫科学技术研究院、山东出入境检验检疫局、广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:林雨霏、王岩、孙健、高玫、刘心同、蔡发、陈谷峰、纪雷、杜恒清、何飞、杨胜鹰、何蓉。