

中华人民共和国国家标准

GB/T 617—2006
代替 GB/T 617—1988

化学试剂 熔点范围测定通用方法

Chemical reagent—
General method for the determination of melting range

(ISO 6353-1:1982, Reagents for chemical analysis—
Part 1: General test methods, NEQ)

2006-11-03 发布

2007-06-01 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

前 言

本标准与 ISO 6353-1:1982《化学分析试剂 第1部分:通用试验方法》的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 617—1988《化学试剂 熔点范围测定通用方法》,与 GB/T 617—1988 相比主要变化如下:

- 增加了规范性引用文件(本版的第2章);
- 修改并完善了仪器中的部分内容(1988年版的4.3、4.4;本版的4.1.2.2、4.1.2.3);
- 增加了测定前对样品干燥的规定(本版的4.1.3.1);
- 增加了用熔点仪测定熔点的方法(本版的4.2)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:天津化学试剂有限公司。

本标准参加起草单位:宜兴市第二化学试剂厂。

本标准主要起草人:王菁、孙连喜、王菊仙。

本标准于1965年首次发布,于1977年第一次修订、1988年第二次修订。

化学试剂

熔点范围测定通用方法

1 范围

本标准规定了用毛细管法测定有机试剂熔点的通用方法。

本标准适用于结晶或粉末状的有机试剂熔点的测定。

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。

JJG 130 工作用玻璃液体温度计

JJG 701 毛细管法熔点测定仪

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

熔点范围 **melting range**

用毛细管法测定的从该物质开始熔化至全部熔化时的温度范围。

4 试验方法

4.1 目视法

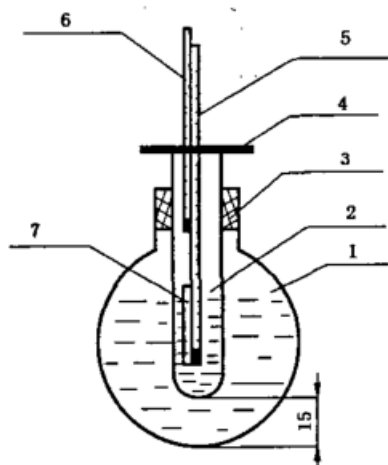
4.1.1 方法原理

以加热的方式,使熔点管中的样品从低于其初熔时的温度逐渐升至高于其终熔时的温度,通过目视观察初熔及终熔的温度,以确定样品的熔点范围。

4.1.2 仪器

4.1.2.1 熔点范围测定装置

熔点范围测定装置见图 1。



- 1——圆底烧瓶；
- 2——试管；
- 3——胶塞；
- 4——支架；
- 5——测量温度计；
- 6——辅助温度计；
- 7——熔点管。

图 1 熔点范围测定装置示意图

4.1.2.1.1 圆底烧瓶

圆底烧瓶的容积约为 250 mL,球部直径约为 80 mm,颈长 20 mm~30 mm,口径约为 30 mm。

4.1.2.1.2 试管

试管长为 100 mm~110 mm,其直径为 20 mm。

4.1.2.1.3 胶塞

胶塞外侧应具有出气槽。

4.1.2.1.4 支架

支架直径 22 mm~24 mm,其内孔大小应与所用温度计匹配。测量温度计由支架固定。

4.1.2.1.5 测量温度计和辅助温度计

测量温度计应符合 JJG 130 的规定,并选用分度值为 0.1℃的全浸式水银温度计,示值范围适合于所测样品的熔点范围,用辅助温度计对测量温度计在蒸馏过程中露出液面部分的水银柱进行校正。

辅助温度计分度值为 1℃,并具有适当的量程。

4.1.2.1.6 熔点管

用中性硬质玻璃制成的毛细管,一端熔封,内径 0.9 mm~1.1 mm,壁厚 0.10 mm~0.15 mm,长度以安装后上端高于传热液体液面为准(约 100 mm)。

4.1.2.2 加热装置

应选用可控制温度的加热装置。

4.1.2.3 传热液体

应选用沸点高于被测物终熔温度,而且性能稳定、清澈透明、黏度较小的液体作为传热液体。终熔温度在 150℃以下的可采用甘油或液体石蜡;终熔温度在 300℃以下的可采用硅油。试管内与烧瓶内传热液的种类与高度应保持一致。

4.1.3 测定

4.1.3.1 将样品研成细密的粉末,按产品标准的规定将样品进行干燥。干燥后的样品装入清洁、干燥

的熔点管中,取一长约 800 mm 的干燥玻璃管,直立于玻璃板上,将装有样品的熔点管在其中投落数次,直至熔点管内样品紧缩至约 3 mm 高。易分解、易脱水的样品,应将熔点管另一端熔封。

4.1.3.2 先将传热液体的温度缓缓升至比样品所规定的熔点范围的初熔温度低 10℃,此时将装有样品的熔点管附着于测量温度计上,使熔点管样品端与水银球的中部处于同一水平,测量温度计通过支架悬垂于试管中(可用固定辅助温度计的小胶圈悬架在支架上)其水银球应位于传热液体的中部。使升温速率稳定保持在 1.0℃/min±0.1℃/min。遇易分解、易脱水的样品,则升温速率应保持在 3℃/min。

4.1.3.3 当样品出现局部熔化,呈现微小液滴时的温度即为初熔温度,样品完全熔化时的温度即为终熔温度。记录初熔温度及终熔温度。

4.1.4 结果计算

4.1.4.1 测量温度计读数校正值

测量温度计露出液面部分水银柱度数的校正值 Δt ,数值以“℃”表示,按式(1)计算:

$$\Delta t = 0.000\ 16(t_1 - t_a)(t_1 - t_b) \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

t_1 ——测量温度计读数,单位为摄氏度(℃);

t_a ——露出液面部分的水银柱的平均温度(该温度由辅助温度计测得),单位为摄氏度(℃);

t_b ——液面处的水银柱读数,单位为摄氏度(℃)。

4.1.4.2 熔点范围的计算

熔点范围 t ,数值以“℃”表示,按式(2)计算:

$$t = t_1 + \Delta t \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

Δt ——测量温度计露出液面部分的水银柱度数的校正值,单位为摄氏度(℃);

t_1 ——测量温度计读数,单位为摄氏度(℃)。

4.2 仪器法

4.2.1 方法原理

加热毛细管中的样品,观察其相变过程或相变时透光率的变化以确定熔点。

4.2.2 仪器

4.2.2.1 熔点管同 4.1.2.1.5。

4.2.2.2 熔点仪应符合 JJG 701 的规定,并达到 0.2 级的要求。

4.2.3 测定

4.2.3.1 样品前处理同 4.1.3.1。

4.2.3.2 按仪器说明书进行操作。结果由熔点测定仪直接读出。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

化学试剂

熔点范围测定通用方法

GB/T 617—2006

*

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 0.5 字数 7 千字

2007年3月第一版 2007年3月第一次印刷

*



GB/T 617-2006

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