



中华人民共和国国家标准

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)

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

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。

固体有机化学品熔点的测定

差示扫描量热法

警告：试样在熔融状态下可能会产生有害及腐蚀性气体，实验人员应对样品有足够了解，避免对人员及仪器造成的伤害。

1 范围

本标准规定了差示扫描量热法测定熔点的原理、仪器设备、分析步骤、试验报告及精度。
本标准适用于具有明确熔点的热稳定性有机化学品的熔点测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ASTM E 967 差示扫描量热仪和差热分析仪的温度校准标准方法(Standard practice for temperature calibration of differential scanning calorimeters and differential thermal analyzers)

3 原理

测定在程序升温条件下样品与参比物间热流速率的差得到样品的熔融焓变曲线，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，交点为熔点。

4 仪器

4.1 差示扫描量热仪，包括以下部分：

- a) 差示扫描量热池：在试验温度范围内对试样和参比物以稳定升温速率加热，并有温度传感器(精度 0.01 °C)和热流速率示差传感器(精度 1 μ W)监测试样的温度及试样与参比物之间的热流速率差，能够提供 10 mL/min~50 mL/min(流量精度 1 mL/min)的氮气等惰性气体保护；
- b) 温度控制装置：能对试样以至少 10 °C/min 速率稳定升温且具有足够的升温精度(控温精度 0.01 °C/min)。

4.2 样品皿：密封式样品皿，依据试样情况选择不与试样反应的样品皿。

4.3 压样机：可进行密封压样。

4.4 分析天平：称量精度 0.01 mg。

5 试样

5.1 试样应均匀并能代表受试样品。

5.2 应避免研磨等类似操作，被测定前如存在机械及热处理，应记录在最终报告中。样品热处理后应称量质量损失。