



# 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

**警示:**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 μW)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。

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。

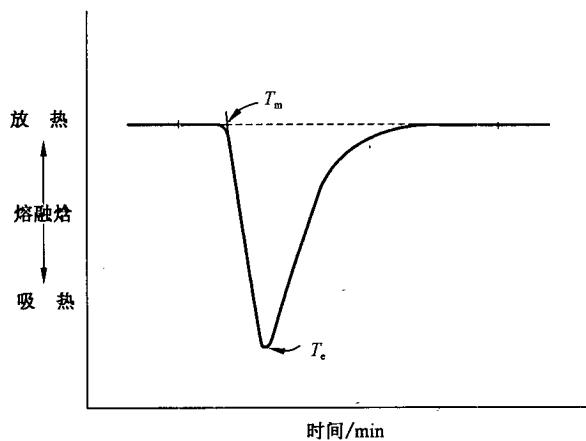
6.2.2 将装有试样的样品皿放入量热池,稳定通入干燥的保护气(氮气或其他惰性气体),保护气流速 10 mL/min~50 mL/min,保护气纯度大于 99.99%。

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:  $T_e$ ——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:

- a) 样品说明,包括样品的来源及样品的前处理情况。
- b) 仪器说明。
- c) 温度校准过程说明。
- d) 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。
- e) 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。
- f) 熔点的测定结果精确至小数点后 1 位。

## 8 精密度

### 8.1 重复性( $r$ )

金属锡熔点测定值( $T_m$ )的重复性( $r$ ,95%置信度)为 0.6 °C。

### 8.2 再现性( $R$ )

金属锡熔点测定值( $T_m$ )的再现性( $R$ ,95%置信度)为 1.1 °C。

---

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

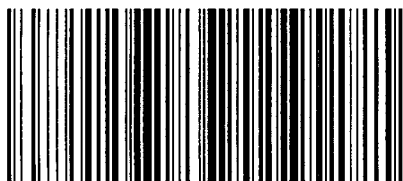
\*

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