

ICS 71.040.30
G 60



中华人民共和国国家标准

GB/T 618—2006
代替 GB/T 618—1988

化学试剂 结晶点测定通用方法

Chemical reagent—
General method for the determination of crystallizing point

(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 618—1988《化学试剂 结晶点测定通用方法》,与 GB/T 618—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);
- 完善了样品结晶点的测定方法(1988年版的第5章;本版的第6章);
- 取消了附录 A(1988年版)。

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:孙连喜、王菁、陆正辉。

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 结晶点测定通用方法

1 范围

本标准规定了用双套管法测定结晶点的通用方法。

本标准适用于结晶点在 $-7^{\circ}\text{C}\sim 70^{\circ}\text{C}$ 范围内的有机试剂结晶点的测定。

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

结晶点 crystallizing point

液体在冷却过程中由液态转变为固态时的相变温度。

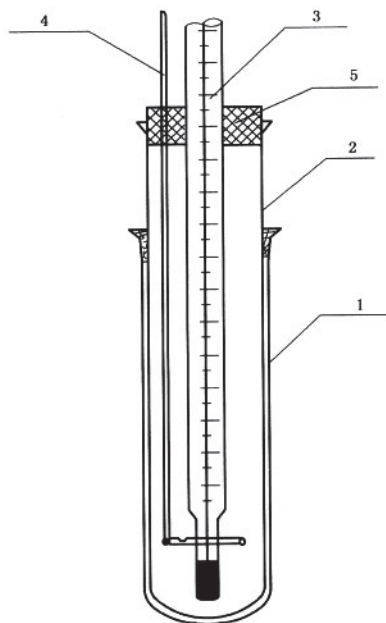
4 方法原理

冷却液态样品,当液体中有结晶(固体)生成时,体系中固体、液体共存,两相成平衡,温度保持不变。在规定的实验条件下,观察液态样品在结晶过程中温度的变化,就可测出其结晶点。

5 仪器

5.1 结晶点测定装置

结晶点测定装置见图1。



- 1——套管；
2——结晶管；
3——测量温度计；
4——搅拌器；
5——胶塞。

图 1 结晶点测定装置示意图

5.1.1 套管

套管内径约 28 mm, 长约 120 mm, 壁厚 2 mm。

5.1.2 结晶管

结晶管的外径约 25 mm, 长约 150 mm。

5.1.3 测量温度计

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结晶点。

5.1.4 搅拌器

搅拌器是用玻璃或不锈钢绕成直径约 20 mm 的环。

5.2 冷却浴

冷却浴由盛有合适的冷却液(水、冰水或冰盐水)的烧杯和普通温度计组成。

5.3 热浴

热浴由合适的烧杯、普通温度计及可控温的加热器组成。

6 测定

固体样品应在温度超过其熔点的热浴内将其熔化, 并加热至高于结晶点约 10℃。将样品倒入干燥的结晶管中, 高度约为 60 mm, 插入搅拌器装好测量温度计, 使水银球至管底的距离约为 15 mm, 勿使测量温度计接触管壁。装好套管, 套管底部与结晶管底部的距离约为 2 mm, 将结晶管连同套管一起置

于温度低于样品结晶点 $5^{\circ}\text{C}\sim 7^{\circ}\text{C}$ 的冷却浴中,当样品冷却至低于结晶点 $3^{\circ}\text{C}\sim 5^{\circ}\text{C}$ 时开始搅拌并观察温度。出现结晶时,停止搅拌,这时温度突然上升,至最高温度后停留一段时间不变,读取此温度,即为样品的结晶点。

若样品没有过冷现象,在温度下降过程中,结晶的析出温度出现一段时间的恒定,此恒定温度即为样品的结晶点。

若样品在一般冷却条件下不易结晶,可另取少量样品,在较低温度下使之结晶,取少许作为晶种加入样品中,即可测出其结晶点。
