

# 中华人民共和国国家标准

## 单离及合成香料 熔点测定法

GB/T 14457.3—93

Isolate and synthetic aroma chemicals  
—Method for determination of melting point

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用毛细管测定单离及合成香料熔点的方法。  
本标准适用于结晶或粉末状的单离及合成香料熔点的测定。

### 2 定义

用熔点管测定试样得到开始熔化的温度称为熔点；试样从开始熔化至全部熔化时的温度范围称为熔程。

### 3 原理

以加热的方式使熔点管中的试样不断升温，通过目测法观察初熔的温度。

### 4 仪器

#### 4.1 熔点管(毛细管)

用中性硬质玻璃制成的毛细管，一端熔封，管长约 100mm，内径 0.9~1.1mm，壁厚 0.10~0.15mm。

#### 4.2 温度计

##### 4.2.1 测量温度计

具适当量程的精密温度计，分刻度为 0.1 或 0.2℃。

##### 4.2.2 辅助温度计

具适当量程、分刻度为 1℃ 的温度计。

#### 4.3 加热装置

使用可控制温度的加热装置。

a. 磁力搅拌器。

b. 高型烧杯：容积约为 600mL，蛇形玻璃管中固定一功率为 300W 的电热丝。用调压变压器控制温度。

#### 4.4 传温液体

应选用沸点高于被测试样的终熔温度，而且性能稳定、清澈透明、粘度较小的液体作为传温液体。熔点在 150℃ 以下的可采用甘油或液体石蜡，熔点在 150℃ 以上的可采用硅油。

### 5 操作步骤

5.1 取少量试样研成尽可能细的粉末，连同一端封闭的熔点管放入干燥器中充分干燥(至少 16h)。取

国家技术监督局 1993-06-05 批准

1994-01-01 实施

出,将试样装入熔点管中用一长约 1m 的干燥玻璃管直立于玻璃板或坚实桌面上,将装有试样的熔点管在其中重复投落数次,直至试样紧密地沉入管底,高度为 2~3mm,备用。

5.2 将上述熔点管附着于温度计上,使熔点管的贮样部分与水银球的中部处于同一水平。打开磁力搅拌器,调节加热装置,将传温液的温度缓缓升至比试样所规定的熔点低约 10℃时,将附有熔点管的温度计放入传温液中,温度计水银球应位于传温液的中部,熔点管距杯底至少 25mm(用内加热的装置:温度计水银球表面距加热表面应 25mm 以上)。控制升温速率稳定保持在 1.0~1.5℃/min。

5.3 当试样出现明显的局部液化或有明显的崩离管壁现象时的温度为始熔点即为熔点;当试样完全熔化时的温度为终熔点。始熔点至终熔点的温度范围即为熔程。

注:① 熔点管必须预先洗净、烘干。管内壁如有碱性物质或尘屑、水汽等时,都可使测得的熔点偏低。

② 易分解的试样升温速度以 3℃/min 为宜,明显崩离管壁(或开始产生气泡,即物质分解时)为始熔点。

③ 有些物质如樟脑等在测定熔点时,可用内径较大的熔点管,这将在具体产品标准中指出。

## 6 结果的计算

如测定中使用的是全浸式温度计,则应对所测得的熔点值进行校正,校正值按下式计算:

$$\Delta t = 0.00016(t_1 - t_2)N$$

式中:  $\Delta t$ ——校正值,℃;

0.00016——水银在温度计中的平均膨胀系数,1/℃;

$N$ ——温度计暴露在传温液外的度数,℃;

$t_1$ ——温度计显示的熔点度数,℃;

$t_2$ ——辅助温度计所显示的温度,℃。

平行试验结果的允许差为 0.2℃。

### 附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由全国香料标准化中心归口。

本标准由轻工业部香料工业科学研究所负责起草。

本标准主要起草人黄振卿、徐易、万馥馨。

自本标准实施之日起,原轻工业部发布的部标准 QB 801—81《香料统一检验方法——熔点测定法》作废。