



中华人民共和国国家标准

GB/T 14457.3—2008
代替 GB/T 14457.3—1993

香料 熔点测定法

Fragrance/Flavor substances—Method for determination of melting point

2008-07-15 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 14457《香料通用试验方法》由下列部分组成：

——第2部分：单离及合成香料 沸程测定法；

——第3部分：香料 熔点测定法。

本部分为 GB/T 14457 的第3部分。

本部分是对 GB/T 14457.3—1993《单离及合成香料 熔点测定法》的修订。本部分与 GB/T 14457.3—1993 相比，主要是增加了试验报告的相关内容。

本部分由中国轻工业联合会提出。

本部分由全国香料香精化妆品标准化技术委员会归口。

本部分由上海香料研究所负责起草。

本部分主要起草人：徐易、曹怡、金其璋。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14457.3—1993。

香料 熔点测定法

1 范围

GB/T 14457 的本部分规定了用熔点管测定香料熔点的方法。
本部分适用于结晶或粉末状的香料熔点的测定。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 14457 的本部分。

2.1

熔点 melting point

熔点管中的试样开始熔化时的温度。

2.2

熔程 melting range

熔点管中的试样从开始熔化至全部熔化时的温度范围。

3 原理

以加热的方式使熔点管中的试样不断升温,通过目测法观察熔化的温度。

4 仪器

实验室常用仪器,特别是下列仪器:

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 100 mm,内径 0.9 mm~1.1 mm,壁厚 0.10 mm~0.15 mm。

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 °C 或 0.2 °C。

4.2.2 辅助温度计

具适当量程、分刻度为 1 °C 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:容量约为 600 mL,蛇形玻璃管中固定一功率为 300 W 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 °C 以下的可采用甘油或液体石蜡,熔点在 150 °C 以上的可采用硅油。

5 操作程序

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 16 h)。取出,将试样装入熔点管中用一长约 1 m 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 mm~3 mm,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 25 mm(用内加热的装置:温度计水银球表面距加热表面应 25 mm 以上)。控制升温速率稳定保持在 1.0℃/min~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: 熔点管应预先洗净、烘干。管内壁如有碱性物质或尘屑、水气等时,都可使测得的熔点偏低。
- 注 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。
- 注 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,这将在有关香料产品标准中指出。

6 结果的表述

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,校正值按式(1)计算:

$$\Delta t = 0.000\ 16(t_1 - t_2)N \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- Δt ——校正值,单位为摄氏度(℃);
- 0.000 16——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温度,单位为摄氏度(℃);
- t_1 ——温度计显示的熔点温度,单位为摄氏度(℃);
- t_2 ——辅助温度计所显示的温度,单位为摄氏度(℃)。

平行试验结果允许差为 0.2℃。

7 试验报告

- 试验报告应包括:
- 所用的测试方法;
 - 所得到的测试结果;
 - 如果重复性已得到核实,最后所得到的结果。

试验报告还应该说明本部分中未规定的任何操作条件或被认为可选用的操作条件,以及可能影响测试结果的任何事件。

试验报告应包括对样品的完全鉴别所需要的所有详情。