

## 前 言

本标准是等效采用国际农药分析协作委员会 CIPAC MT2《MELTING POINT》对国家标准 GB/T 1602—1979(1989)《农药熔点测定方法》修订而成。

本标准与 CIPAC MT2《MELTING POINT》的主要差异为：

本标准熔点是按照温度计水银柱露出部分的温度与熔点测定的温度之差进行校正。CIPAC MT2 熔点是按照熔点测定时温度计水银柱露出部分的温度与温度计标定时水银柱露出部分的温度之差进行校正。二者校正结果相同。

本标准与 GB/T 1602—1979(1989)《农药熔点测定方法》的主要技术差异为：

- 1 液浴用硅酮液代替硫酸；
- 2 用双臂 U 型管替代圆底烧瓶；
- 3 增加了搅拌装置；
- 4 增加了照明装置。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 1602—1979(1989)。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院。

本标准主要起草人：梅宝贵。

本标准于 1976 年 12 月 1 日首次发布，于 1979 年第一次修订。

本标准第二次修订。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

## 1 范围

本方法适用于固体农药原药及固体农药标准样品熔点的测定。

## 2 定义

本标准采用下列定义：

- 2.1 弯月面点：样品开始液化的温度，此时有明显的弯月液面生成。
- 2.2 液化点：样品完全液化的温度，此时固相消失。
- 2.3 熔距：指样品坍塌或在毛细管壁上形成液滴的温度与样品完全融化的温度（液化点）区间。

## 3 熔点的测定

### 3.1 方法提要

将被测样品装入毛细管中，在带搅拌的液浴中，以控制的速度加热，观察样品生成弯月面和（或）样品全部液化的温度。

### 3.2 试剂

硅酮液。

### 3.3 仪器

3.3.1 U型管：U型硼硅玻璃或类似的硬质玻璃管，上部有横接管联接两根支管，直径2.5 cm；

3.3.2 加热装置：可以使热浴升温速度控制在1℃/min~10℃/min的可调加热装置，例如：材料为一组镍铬合金丝（约80%镍、20%铬），直径0.274 mm，电阻率为109 μΩ/cm<sup>3</sup>，电阻约7 Ω/m，金属丝总电阻为25 Ω；

3.3.3 照明装置：可以保证清晰地观察到加热时样品和温度的变化状况；

3.3.4 搅拌装置：混合并推动液体沿着U型管循环；

3.3.5 温度计：校正过的温度计，分度为0.5℃；

3.3.6 辅助温度计：分度为1℃；

3.3.7 放大镜；

3.3.8 毛细管：干燥，一端封闭，内径约1 mm，壁厚0.10 mm~0.15 mm，长度至少12 cm，且保证开口的一端在加热管的液面上。

### 3.3.9 熔点测定仪的安装

#### 3.3.9.1 熔点测定仪概况

在U型玻璃管的右侧支管的外部，绕有电加热线圈，用以加热传热液体，在管内装有玻璃搅拌棒，以混合并推动液体沿着U型管循环。另一支管中装有温度计。使装有样品的毛细管，紧贴着温度计，使水银球与毛细管并排在液浴中，处于供观察的固定位置上。当测定样品时，用灯泡照明样品。电路是为

了控制加热速度和循环传热液体。

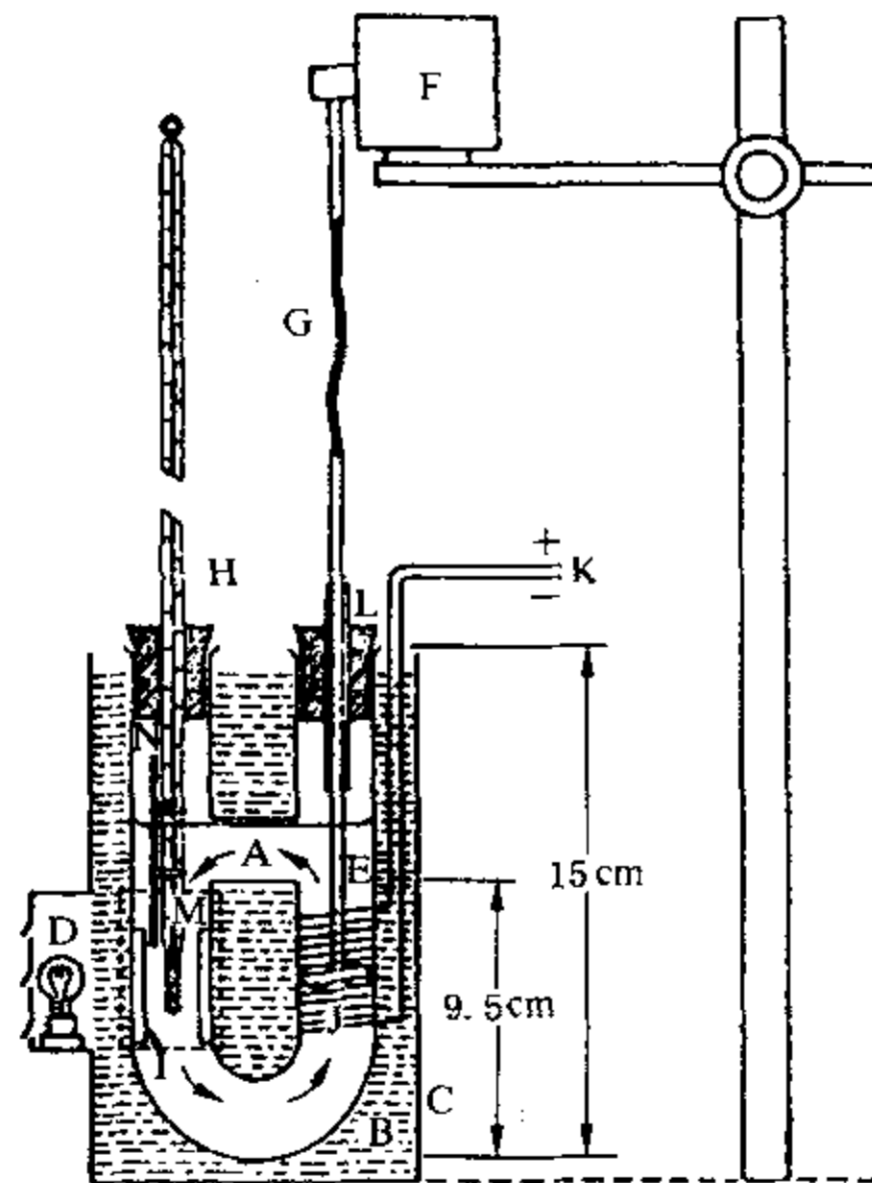
### 3.3.9.2 仪器安装

如图 1 所示,将 U 型管、加热装置、照明装置、搅拌装置、温度计以胶塞联接在一起,在 U 型管的右侧支管的下部,包上一层石棉纸(带)并缠绕加热装置的电阻丝(3.3.2)。缠绕电阻丝部分总长度为 4 cm,4 圈/cm。将 U 型管固定在一个 15 cm×10 cm×5 cm 的金属箱内,用硬质绝缘物或石棉或玻璃棉填满。在箱子的旁边,安装一个电灯泡,通过一个孔口照亮试样及整个金属箱。从箱子正面的第二个孔,可以观察熔点测定的全过程。在 U 型管的缠有电炉丝的支管上部,安装搅拌装置,在 U 型管中插入玻璃搅拌棒,并用一个橡皮套管将玻璃搅拌套紧在电动机轴上,通过 U 型管支管上的软木塞中玻璃套管进行搅拌。温度计用左侧支管的软木塞固定,毛细管紧贴在温度计上,灯泡安装在左侧支管的可见部分,辅助温度计依附在温度计上,使其水银球在温度计露出胶塞的水银柱的中部。

## 3.4 熔点的测定

### 3.4.1 仪器的校准

用硅酮液充满 U 型管到横管的顶面。装好玻璃搅拌棒和温度计,开动搅拌马达,并使流过加热线圈的电流为 0.1 A。按一定的时间间隔,记录浴温,改变电流可得到一系列加热曲线。这些加热曲线,显示了每一个加热电流对应的温度范围。在该范围内,升温是有规律的。如果不规定升温速率的话,则应采用 2 °C/min 的升温速率。



A—充满硅酮液的 U 型管;B—坚硬的绝缘物;C—铜片或铝片盒;D—6 V/0.3 A 灯泡,在金属盒边留 40 mm×15 mm 缝,以照亮样品;E—玻璃搅拌器,柄 6 mm;F—传动马达,220 V AC,375 r/min;G—弹性橡皮套管;H—温度计;I—内玻璃套管,长 38 mm,距壁 0.3 mm;J—固定在热阻纸上的电阻加热器;K—可变电电压传输装置;L—搅拌的玻璃套管;M—金属盒的观察窗;N—装样品的毛细管;用橡皮筋固定在温度计上

图 1 熔点测定仪示意图

### 3.4.2 测定

在研钵中研磨样品,进行干燥。放入一根毛细管中,加以振动使样品粉末掉入封闭端,将毛细管在一硬表面上轻敲,使粉末填满,并形成 3 mm~5 mm 长的样品柱。用橡皮筋将毛细管套在温度计上,使毛细管底对准温度计水银球的中部。将此温度计插入 U 型管左边支管,使液面刚好浸没刻度线。接通总电源,启动搅拌马达,接通加热线圈,并打开照明样品的灯泡。

先测定样品的近似熔点,当温度升至样品熔点前 10℃时,控制升温速度为 2℃/min。用手持或固定的放大镜,观察试样在熔化过程中的变化情况,记录弯月面点和(或)液化点的温度。

### 3.4.3 熔点的校正

观察到的温度必须作如下校正:温度计水银柱露出部分的温度与熔点测定时的温度之差。水银柱露出部分的温度用辅助温度计将其水银球部分置于温度计水银柱露出部分的中部。校正值  $t_c$  按式(1)进行计算:

$$t_c = 0.00016 h(t_s - t_d) \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $h$ ——温度计露出胶塞上部的水银柱高度,以摄氏度数表示;

$t_c$ ——温度的校正值,℃;

$t_s$ ——观测到的熔点,℃;

$t_d$ ——辅助温度计的读数,℃;

0.00016——汞体积的表观膨胀系数。

样品的熔点  $t$  按式(2)计算:

$$t = t_s + t_c \dots\dots\dots(2)$$

除非另有说明,应把弯月面点当作样品的熔点。

### 3.4.4 允许使用精度相当的熔点测定仪。