



中华人民共和国国家标准

GB/T 28723—2012

固体有机化学品纯度的测定 差示扫描量热法

Determination of purity 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 928—2008《用差示扫描量热法测定纯度的标准试验方法》(Standard test method for determination of purity by differential scanning calorimetry)编制。

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:山东出入境检验检疫局、山东省检验检疫科学技术研究院、广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:王岩、林雨霏、纪雷、孙健、杜恒清、蔡发、马昕、程刚、高玫、杨胜鹰、何蓉、陈谷峰、何飞。

固体有机化学品纯度的测定

差示扫描量热法

1 范围

本标准规定了固体有机化学品纯度测定的差示扫描量热法。

本标准适用于具有明确熔点的热稳定固体有机化学品的纯度测定,其给出的是试样中杂质的总含量,而不能得出单一杂质的含量。

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)

ASTM E 968 差示扫描量热仪的热流校准标准方法(Standard practice for heat flow calibration of differential scanning calorimeters)

3 方法提要

DSC 法测定纯度,依据物质熔点随杂质含量升高而降低这一性质,可通过范霍夫(Van't Hoff)方程定量描述。样品皿中封入已知质量的待测样品,通过差示扫描量热仪对样品皿中样品在相变过程中热焓变化对温度进行记录,对热焓-温度曲线进行积分得到相变过程中的焓变,通过数学模型,对相变过程中某一温度下的焓变进行程序化处理,计算出该样品杂质含量,得到样品纯度。

4 试验装置

4.1 差示扫描量热仪,包括以下部分:

- 差示扫描量热池,在试验温度范围内能以稳定的升温速率对试样和参比物加热,并有温度传感器(精度 0.1°C)监测试样温度,能量示差传感器监测试样与参比之间的能量差(精度 $10\ \mu\text{W}$),能够提供(15~25)mL/min(流量精度 1 mL/min)的氮气等惰性气体保护;
- 温度控制装置,能对试样以(0.3~0.7) $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (控温精度 $0.01\ ^{\circ}\text{C}/\text{min}$)进行程序升温;
- 积分仪,积分精度要求 1%。

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。通常使用铝金属皿,对于特殊或高温试验,可使用陶瓷或铂试样皿。

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 材料与试剂

5.1 正己烷,色谱纯。