

ICS 13.300
A 80



中华人民共和国国家标准

GB/T 22227—2008

GB/T 22227—2008

工业用化学品 具有低溶解性的固体和 液体水溶性测定 圆柱层析法

Chemical products for industrial use —Determination of water
solubility of solid and liquids with low solubility —Column elution method

中华人民共和国
国家标准
工业用化学品 具有低溶解性的固体和
液体水溶性测定 圆柱层析法
GB/T 22227—2008

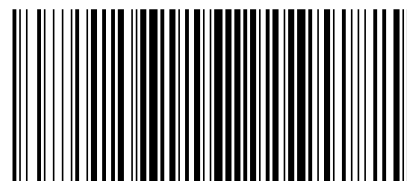
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2008年9月第一版 2008年9月第一次印刷

*
书号: 155066·1-32922 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 22227-2008

2008-06-19 发布

2009-02-01 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

圆柱的底部放一个 5 mm 厚的玻璃丝塞,以过滤特殊杂质。交替将干的处理过的填充介质灌入已经充满水的微小圆柱,放置大约 2 h,使之平衡。

7.5 测定

打开循环泵的开关使微小圆柱里液体开始流动,将温度控制器调至指定温度并稳定,建议流速 25 mL / h(约每小时 10 层柱),去除最开始的五层溶液。运转循环泵直到达到平衡状态,平衡状态是指在随机的状态下,间隔至少 10 层流出时间的连续五个样品的浓度变化范围在±30%以内。注明每一份样品的 pH 值。

8 结果表述

8.1 表述方法

指定温度下某物质的溶解度为饱和状态下至少连续五个样品的结晶平均值。在每次试验时,该值可以用来计算标准偏差。结果应该以质量/溶液体积为单位。

8.2 重复性

同一物质用同样的测定方法,同样的仪器设备,同样分析方法测定的两次结果最大差别不超过平均值的 30%。

9 试验报告

试验报告应该包含以下部分:

- a) 测试物质的详细说明(物理特性和纯度);
- b) 使用的编号方法;
- c) 使用的分析方法;
- d) 测定的单样分析结果和平均分析结果含以下信息:
 - 介质的自然属性;
 - 介质中沉淀物的量;
 - 填充介质所用的溶剂;
 - 水输出量(水用量);
 - 每次取样的 pH 值;
 - 试验温度。
- e) 在测定过程中所有特殊明细记录;
- f) 所有非本标准规定的操作或其他任意操作的记录。

10 关键词

化学品、危险物质、固体、液体、物理化学属性、水溶性。

前 言

本标准等同采用 NF T 20-045:1985《工业用化学品 具有低溶解性的固体和液体水溶性测定 圆柱层析法》(法文版)。

为了方便使用,进行了下述编辑性的修改:

- a) 在公式符号注释中用符号“—”代替符号“=”;
- b) 去掉原标准中的 4 个条文脚注;
- c) 增加了“规范性引用文件”一章。

本标准由全国危险化学品管理标准化技术委员会(SAC/TC 251)提出并归口。

本标准参加起草单位:中化化工标准化研究所、安徽出入境检验检疫局、江苏出入境检验检疫局。

本标准起草人:姚剑、于艳军、温劲松、梅建、卞学东、刘红川、汤礼军、吴忠仁、张君玺。

本标准首次发布。

NF 前言

建议在实施本方法前,了解待测试物质的分子式、蒸气压力、分解常数和水解(pH 值)等信息。

除可挥发性物质之外的所有物质的水溶性的测定可用下面两种测试方法:

- 测试溶解性较高(大于 10^{-2} g/L)的基本纯净物质,并且该物质在水中有良好的稳定性,参考 NF T 20-046;
- 测试溶解性很低(小于 10^{-2} g/L)的基本纯净物质,并且该物质在水中有良好的稳定性,参考“圆柱层析法”。

7.2 预备试验

在 10 mL 带刻度的容量瓶中,放入约为 0.1 g 的样品(固体应被研磨成粉末状),在室温下逐步加入蒸馏水。

在每次加入一定量的水后,用力摇动容量瓶中的混合物 10 min,观察是否存在尚未溶解的样品。在加完 10mL 的水之后,如果样品未溶解或部分未溶解,转至 100 mL 的容量瓶内加入大量的水重复上面的实验。有些低溶解度物质的溶解过程需要相当长的时间(至少应 24 h)。表 1 提供依据样品完全溶解时所加入的水的容量的近似溶解度。如果某种物质依然显出不溶性,则延长溶解时间(最长不超过 96 h),或采取烧瓶法,见 NF T 20-046。

表 1 0.1 g 产品溶解度估测值

加入的水量/mL	0.1	0.5	1	2	10	100	>100
近似的溶解度/(g/L)	1 000	1 000~200	200~100	100~50	50~10	10~1	<1

7.3 设备安装

根据图 2 将微小圆柱(6.1)和温度控制器(6.3)相连并接入一个循环泵,微小圆柱底部安装两用活塞,以便进行取样和调节气压平衡。

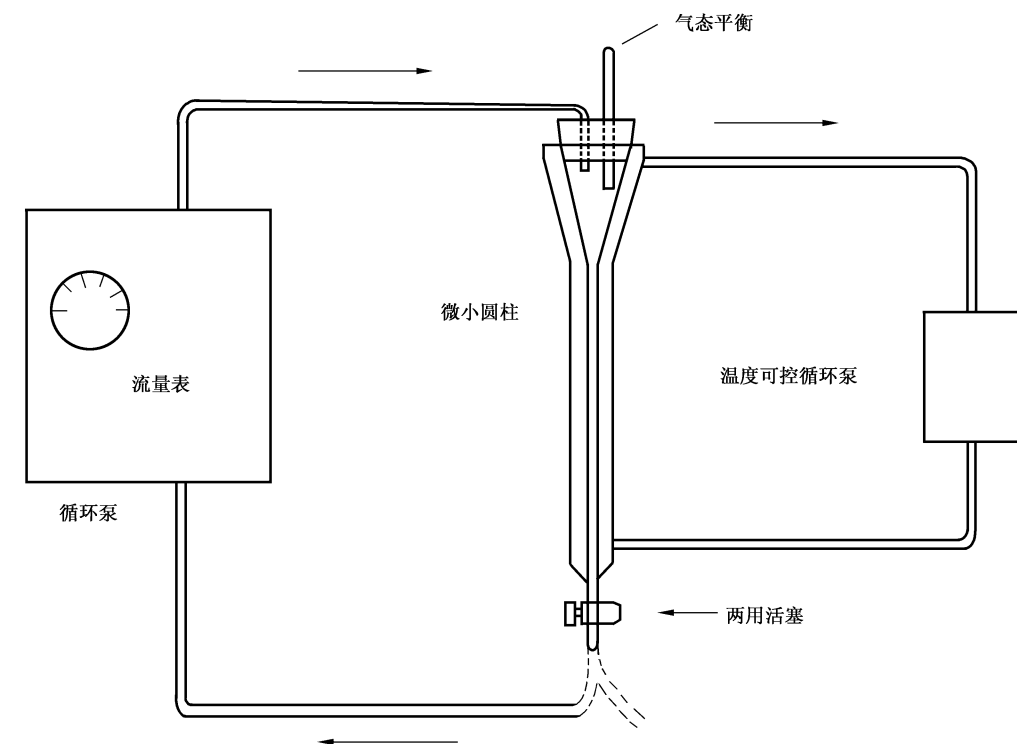


图 2 仪器装置示意图

7.4 准备微小圆柱

称量大概 600 mg 的惰性介质(5.1),置于一个 50 mL 的圆底烧瓶中。

将适当的、称量好的待测物质在已选的溶剂中溶解,取适量这种溶液加入惰性介质中,然后将这种溶液完全蒸发掉,使用旋转干燥器,否则由于在惰性介质表面的分割作用,惰性介质就不可达到水饱和状态。

注意:如果测试物质沉淀成油状或者不同结晶相,那么该惰性介质的填充可能导致检测错误。

将处理好的惰性介质在约 5 mL 的水中浸泡 2h 左右,然后将悬浮液加入微小圆柱(6.1)中。微小