



中华人民共和国国家标准

GB/T 7531—2008
代替 GB/T 7531—1987

有机化工产品灼烧残渣的测定

Determination of ignition residue for organic chemical products

(ISO 6353-1:1982, Reagents for chemical analysis—
Part 1: General test methods, NEQ)

2008-06-04 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
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准与 ISO 6353-1:1982《化学分析用试剂 第1部分:通用试验方法》的 5.15(GM15)的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 7531—1987《有机化工产品灰分的测定》。

本标准与 GB/T 7531—1987 相比较主要变化如下:

- 标准名称由《有机化工产品灰分的测定》改为《有机化工产品灼烧残渣的测定》(1987年版的封面,本版的封面);
- 增加了规范性引用文件(见本标准第2章);
- 将坩埚的容积由(50~100)mL改为(30~100)mL(1987年版的3.3,本版的6.3);
- 称样量由“应以能获得5 mg~30 mg残渣为依据”修改为“应以获得的残渣量不小于3 mg为依据”(1987年版的5.3,本版的7.3);
- 修改了两次平行测定结果的允许差(1987年版的第6章,本版的第7章)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:济南艾孚特科技有限责任公司、山东省化工研究院。

本标准参加起草单位:湖北宜化化工股份有限公司。

本标准主要起草人:韩书霞、张贵芹、李世慧、邹本莲。

本标准于1987年3月首次发布。

有机化工产品灼烧残渣的测定

警告:本标准未提及标准使用有关的所有安全问题,使用者有责任采取适当的安全和防护措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了有机化工产品直接测定灼烧残渣的通用方法。
本标准适用于有机化工产品灼烧残渣含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订的内容不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 603—2002 化学试剂 试验室中所用制剂及制品的制备 (ISO 6353-1:1982, NEQ)

3 一般规定

除非另有规定,在分析中仅使用分析纯及以上试剂。
分析中所用制剂及制品,在试验中应明确其来源,并按 GB/T 603—2002 之规定制备。

4 方法提要

样品经炭化、高温灼烧后所剩物质经称量得到灼烧残渣的质量。

5 试剂

5.1 硝酸。

5.2 盐酸溶液(20%)。

6 仪器

6.1 分析天平:分度值为0.0001 g。

6.2 高温炉:可控制温度(500~1000)℃,温控精度(±25)℃。

6.3 坩埚:容积(30~100)mL的瓷坩埚、石英坩埚、铂坩埚等。

6.4 干燥器:内装适当的干燥剂(如变色硅胶、无水氯化钙等)。

7 分析步骤

7.1 用盐酸溶液处理坩埚。瓷坩埚浸泡24 h或煮沸0.5 h;石英坩埚、铂坩埚浸泡2 h。洗净,烘干。

7.2 将已经处理过的坩埚放入高温炉中,在选定的试验温度下灼烧适当时间,取出坩埚,在空气中冷却(1~3)min,然后移入干燥器中冷却至室温(约45 min),称量,精确至0.0002 g。重复操作至恒量,即两次称量结果之差不大于0.3 mg。

7.3 用已经恒量的坩埚称取规定量的实验室样品,每个测定的实验室样品的称样质量应以获得的残渣量不小于3 mg为依据。称样量大时,可采取一次称样分次加样的方法,直到全部实验室样品炭化或挥发完全为止。

7.4 将盛有试样的坩埚放在电炉上缓慢加热,直到试样全部炭化。将坩埚移入高温炉中,按6.2操作。

7.5 较难灼烧的试样,可在炭化后的坩埚中加入(0.5~1.0)mL 硝酸,使炭化物湿润,在电炉上加热,直到棕色烟雾消失,然后移入高温炉中,按 6.2 操作。

7.6 在同一试验中,应使用同一干燥器,每次恒量放入相同数量的坩埚。空坩埚和带残渣的坩埚的冷却时间相同。

7.7 灼烧温度应根据不同产品从下列温度中选择:650℃、750℃、850℃。

8 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w ,数值以%表示,按下式计算:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

式中:

m_1 ——坩埚加残渣的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

9 允许差

当灼烧残渣的质量分数 $w \geq 0.01\%$ 时,两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%;

当灼烧残渣的质量分数 $w < 0.01\%$ 时,两次平行测定结果的允许差在产品标准中根据灼烧残渣的指标规定。
