

有机化工产品中蒸发残渣测定方法

Determination of evaporation residual for organic chemical products

2010-05-10 发布

2010-05-25 实施

河北省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
本标准由河北省产品质量监督检验院提出。
本标准起草单位：河北省产品质量监督检验院。
本标准主要起草人：田旭 张爱菊 张红玲。

有机化工产品中蒸发残渣测定方法

1 范围

本标准规定了用重量法测定蒸发残渣的方法。

本标准适用于有机化工产品蒸发残渣的测定。

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。

GB/T 4472 化工产品密度 相对密度测定通则

3 方法提要

利用样品主体与残渣挥发性的差异，在水浴上将样品蒸干，并在烘箱中干燥至恒量，使样品主体与残渣完全分离，可用天平称出残渣的质量。

4 仪器

除实验室常规仪器外，还包括下列仪器设备：

4.1 蒸发容器：蒸发皿、坩埚或烧杯（容积约 150 mL），根据样品的性质，材质可选用铂、石英、硼硅玻璃或陶瓷。

4.2 恒温水浴锅。

4.3 电热恒温干燥箱：温度可保持在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

4.4 天平：0.01 g。

4.5 分析天平：分度值为 0.1 mg。

5 分析步骤

取适当量的样品（蒸发残渣 $> 1 \text{ mg}$ ，精确到 0.01 g），或用移液管移取适当量的样品（精确到 0.1 mL），根据样品的性质选定适当材质的蒸发容器，置于用水洗净并在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒重的规定的蒸发容器中，将试料在适当温度的水浴上（低于样品沸点，必要时此操作在通风橱中进行）蒸干。蒸发容器外面用擦镜纸擦干净，再将其放入 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥加热 2 h，放入干燥器中冷却至周围环境温度，称重（准至 0.000 1 g），重复上述操作，直至质量恒定，即相邻两次称重的差值不超过 0.000 2 g。

6 结果计算

蒸发残渣的质量百分数 ω ，数值以 % 表示，按式（1）或式（2）计算：

$$\omega_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\omega_2 = \frac{m_2 - m_1}{\rho \cdot V} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_2 —残渣和空皿质量的数值，单位为克（g）；

m_1 —空皿质量的数值，单位为克（g）；

m —样品质量的数值，单位为克（g）；

ρ —试验温度下试样的密度值，单位为克每毫升（g/mL）（按 GB/T 4472 的规定测得）；

V —液体样品体积的数值，单位为毫升（mL）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

7 允许差

当蒸发残渣的质量分数 $\omega \geq 0.01\%$ 时，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.001%。

当蒸发残渣的质量分数 $\omega \leq 0.01\%$ 时，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 5%。
