

DB13

河 北 省 地 方 标 准

DB13/T 1228—2010

有机化工产品中水不溶物含量测定方法

Determination of water-insoluble 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：吕国强、耿晓红、杨昭。

有机化工产品中水不溶物含量测定方法

1 范围

本标准规定了用玻璃砂坩埚法、古氏坩埚法、滤纸法测定水不溶物的方法。

本标准适用于水溶性有机盐类化工产品中水不溶物的测定。本标准规定的玻璃砂坩埚法适用于非碱性物质水不溶物的测定。本标准规定的滤纸法适用于细晶型不溶物的测定。用本标准测定水不溶物时，按取样量和规格值计算所得到的不溶物质量不得小于 1 mg。

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，仅所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 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682-2008, ISO 3696: 1987, MOD）

3 方法提要

用水溶解样品，采用适合的方法将不溶性物质滤出，用水洗涤滤渣，使之与样品主体完全分离，烘干后可用天平称出不溶物的质量。

4 试剂和材料

4.1 实验用水应符合GB/T 6682—2008中三级水的规格。

4.2 酸洗石棉：取适量酸洗石棉，浸泡于盐酸溶液（1+3）中，煮沸20分钟，用布氏漏斗过滤并用水洗涤至中性，再用50 g/L氢氧化钠溶液浸泡并煮沸20分钟，用布氏漏斗过滤并用水洗涤至中性。用水调成稀糊状，备用。

4.3 石棉滤纸。

4.4 慢速滤纸。

5 仪器、设备

5.1 一般试验室仪器。

5.2 玻璃砂坩埚：G 4。

5.3 古氏坩埚：容量 30 mL。

5.4 减压吸滤装置。

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

5.5 分析天平：感量为0.1 mg。

6 分析步骤

6.1 玻璃砂坩埚法

将洗净的玻璃砂坩埚（玻璃砂坩埚的前处理见附录 A）于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥，在干燥器中冷却 30 min

后称量。然后再干燥、冷却相同时间、称量，如此反复，直至坩埚质量恒定为止。

称取 20 g 试样（精确至 0.01 g），加适量的水使试样完全溶解，加热（必要时煮沸，采用热过滤），冷却至室温。用已在 105℃±2℃ 烘至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，用热水洗涤滤渣至吸附在滤渣上的样品主体完全洗去，于 105℃±2℃ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

注：根据产品标准选用适当孔径的玻璃砂坩埚

6.2 古氏坩埚法

将古氏坩埚置于抽滤瓶上，在坩埚筛板上下各分次均匀的铺上处理过的酸洗石棉，厚度约 3 mm，用 60℃~80℃ 的水洗至滤液中不含石棉毛为止（每次水洗时都先将抽滤瓶的真空度放到常压）。取下坩埚于 105℃±2℃ 干燥，于干燥器中冷却 30 min 后称量。然后再洗涤、干燥、冷却相同时间、称量，如此反复，直至坩埚质量恒定为止。

称取 20 g 试样（精确至 0.01 g），置于 400 mL 烧杯中，用约 300 mL 60℃~80℃ 的水溶解（根据样品的溶解度适量增减），用已于 105℃±2℃ 干燥至质量恒定的古氏坩埚过滤，用 60℃~80℃ 的水洗涤残渣至无碱性反应为止（用广泛 pH 试纸检测洗出液近中性为止），将坩埚和残渣于 105℃±2℃ 干燥至质量恒定。

注：也可用石棉滤纸代替酸洗石棉，但要根据产品标准选用适当孔径的石棉滤纸。

6.3 滤纸过滤法

将洁净的慢速滤纸置于电热干燥箱中于 105℃±2℃ 下干燥 2 小时以上，取出在干燥器中冷却 30 min 后称量。然后再干燥、冷却相同时间、称量，如此反复，直至滤纸质量恒定为止。

称取 20 g 试样（精确至 0.01 g），加适量的水使试样完全溶解，用已在 105℃±2℃ 烘至质量恒定的滤纸过滤，用蒸馏水洗涤滤渣至吸附在滤渣上的样品主体完全洗去，用镊子取下滤纸置于 105℃±2℃ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

7 结果计算

水不溶物含量以质量分数 ω 计，数值以%表示，按式（1）计算：

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

式中：

m —样品质量的数值，单位为克（g）；

m_1 —滤坩或滤纸质量的数值，单位为克（g）；

m_2 —滤渣和滤坩或滤纸质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值符合产品标准规定。

附 录 A
(资料性附录)
玻璃砂坩埚的前处理

A.1 将玻璃砂坩埚置于250 mL烧杯中，加盐酸溶液(1+1)至完全浸没玻璃砂坩埚(也可按产品标准加入硝酸溶液或硫酸溶液)，于电炉上煮沸5 min~10 min，冷却，将盐酸溶液完全倒入废液收集瓶中，再加水至完全浸没玻璃砂坩埚，于电炉上煮沸5 min~10 min，冷却，取出备用。

A.2 将玻璃砂坩埚置于抽滤瓶上，用盐酸溶液(1+1)洗涤(也可按产品标准加入硝酸溶液或硫酸溶液)，再用水洗至用广泛pH试纸检测洗出液近中性为止。
