

化工产品的干燥失重（加热减量） 测定方法

Determination of drying shrinkage (heating loss) for 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。

本标准由起草单位：河北省产品质量监督检验院。

本标准主要起草人：齐威毅、刘贞敏、武建伟。

化工产品的干燥失重（加热减量）测定方法

1 范围

本标准规定了用干燥法测定化工产品中干燥失重（加热减量）的方法，适用于化工产品中干燥失重（加热减量）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（ISO 3696: 1987, MOD）

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

样品在规定的温度和时间条件下，经加热干燥后所失的质量百分比。主要指水分，也包括其他挥发性物质。

4 试剂与材料

本标准实验用水应符合GB/T 6682中三级水规格。

5 仪器

除实验室常规仪器外，还包括下列仪器设备：

- 5.1 天平：光电分析天平或电子天平，分度值为 0.1 mg。
- 5.2 电热恒温干燥箱：精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.3 称量瓶：高 30 毫米-50 毫米，直径 50 毫米-70 毫米。
- 5.4 干燥器：内放硅胶干燥剂。

6 操作步骤

6.1 样品的制备

样品应充分混匀，如果是比较大的颗粒，应先迅速捣碎使颗粒在 2 mm 左右，操作中要注意避免水分损失和从空气中吸收水分。

6.2 测定

6.2.1 将称量瓶打开盖一起放入 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的恒温干燥箱中，干燥 1 h，再把称量瓶和盖放入干燥器中，冷却至室温称量，精确至 0.1 mg。反复操作至最后两次质量之差小于 0.3 mg。

6.2.2 称取一定量的均匀样品平铺于已恒重的称量瓶中（厚度不可超过 5 mm，如为疏松物质，厚度

不可超过 10 mm), 精确至 0.1 mg。

6.2.3 将盛有试样的称量瓶放入已达规定温度的干燥箱中, 使称量瓶与干燥箱温度计水银球的纵向距离不大于 100 mm, 将瓶盖取下, 置于瓶旁, 或将瓶盖半开进行干燥 2 h, 将盖子盖好迅速移至干燥器, 冷却至室温后称量, 精确至 0.1 mg。重复操作至最后两次质量之差不大于 0.3 mg, 重复操作干燥时间为 1 h。同时做平行试验。

6.2.4 对于易熔化的特殊式样, 可在比熔化温度低 10℃ 下加热 (1~2) h, 再在规定温度下干燥。

7 结果计算

本标准结果计算按 GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定执行。

试样干燥失重 (加热减量) X 以百分数表示, 按式 (1) 计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_0 ——称量瓶和盖子的质量, 单位克 (g);

m_1 ——称量瓶、盖子和干燥前试样的质量, 单位克 (g);

m_2 ——称量瓶、盖子和干燥后试样的质量, 单位克 (g);

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

8 允许差

8.1 重复性

同一操作者重复测定两结果之差不应超过以下数值:

范围, %	重复性, %
0.00~2.00	0.01
2.00~10.0	0.05
10.0 ~20.0	0.10
20.0 ~30.0	0.15
≥30.0	0.20

8.2 再现性

不同实验室提出的两结果之差不应超过以下数值:

范围, %	重复性, %
0.00~2.00	0.01
2.00~10.0	0.06
10.0 ~20.0	0.12
20.0 ~30.0	0.18

≥ 30.0 0.22
