



中华人民共和国国家标准

GB/T 9741—2008
代替 GB/T 9741—1988

化 学 试 剂 灼烧残渣测定通用方法

Chemical reagent—
General method for the determination of residue after ignition

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

2008-05-15 发布

2008-11-01 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《化学分析试剂——第 1 部分:通用试验方法》的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 9741—1988《化学试剂 灼烧残渣测定通用方法》,与 GB/T 9741—1988 相比主要变化如下:

——调整了灼烧温度(1988 年版的第 1 章、3.3,本版的第 1 章、3.3);

——取消了附录 A(1988 年版)。

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化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:上海试四赫维化工有限公司。

本标准主要起草人:贾玲。

本标准于 1988 年首次发布。

化 学 试 剂

灼烧残渣测定通用方法

1 范围

本标准规定了用重量法测定灼烧残渣的通用方法。

本标准适用于能够升华或炭化并可在 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 除净主体的化学试剂灼烧残渣的测定。用本标准测定灼烧残渣时,按取样量和规格值计算所得到的残渣质量不得小于 1 mg。

2 方法原理

利用样品主体与形成残渣的物质之间在挥发性、对热、对氧的稳定性等物理、化学性质方面的差异,将样品低温加热挥发、炭化,高温灼烧,使样品主体与残渣完全分离,可用天平称出残渣的质量。

3 仪器

3.1 一般实验室仪器。

3.2 坩埚或蒸发皿:根据样品的性质,材质可选用铂、石英或陶瓷。

3.3 高温炉:温度可保持在 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 。

3.4 分析天平:分度值为 0.1 mg。

4 测定

4.1 测定注意事项

挥发或炭化样品时,如果样品量大,可分几次加入,向液体样品中加入硫酸,应在挥发或炭化之前一次加完,样品若为有机物,应避免燃烧。

如果先加硫酸会给样品的挥发、炭化操作造成困难,也可在主体挥发、炭化之后加入。

4.2 固体样品

取规定量的样品,置于已在 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 恒量的、规定的坩埚或皿中,缓缓加热,直至样品完全挥发或炭化。冷却,用 0.5 mL 硫酸湿润残渣。继续加热至硫酸蒸气逸尽,在 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧至恒量。

4.3 液体样品

取规定量的样品,置于已在 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 的恒量的、规定的坩埚或皿中,加入 0.25 mL 硫酸,在水浴或电炉上加热(勿使沸腾),直至样品完全挥发或炭化。在电炉上继续加热至硫酸蒸气逸尽,在 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧至恒量。

4.4 不必或不能加硫酸的样品

取规定量的样品,置于已在 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 恒量的、规定的坩埚或皿中,缓缓加热,直至样品完全挥发或炭化。在 $650^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧至恒量。

5 计算

灼烧残渣一般以硫酸盐计(特殊情况例外)。灼烧残渣的质量分数 ω ,数值以%表示,按式(1)或式(2)计算:

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