

修订《无机化工产品中水不溶物测定通用方法》国家标准编制说明 (征求意见稿)

一、工作简况

(一) 任务来源

1、基本信息

根据“国标委发[2021]28号”《国家标准化管理委员会关于下达2021年第三批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》的要求，于2023年4月15日完成GB/T 23948-2009《无机化工产品中水不溶物测定通用方法》国家标准的修订工作，计划编号为：20214022-T-606。本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（以下简称全国化标委无机分会）归口。

本标准主要起草单位：浙江必利夫检测科技有限公司、多氟多化工股份有限公司、内蒙古默锐能源材料有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、中铝郑州有色金属研究院有限公司、广西贺州市科隆粉体有限公司、宁夏盈氟金和科技有限公司、湖北兴发化工集团股份有限公司、国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司、龙佰集团股份有限公司、浙江水知音检测有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司（以下简称天津院）等。

2、项目基本情况

水不溶物是评价可溶性无机化工产品质量和划分品质级别的一项主要技术指标。2009年版现行的通用方法国家标准中规定了2种过滤设备，一是玻璃砂坩埚，二是古氏坩埚。两种过滤设备分别适用于不同的测定条件，玻璃砂坩埚适用条件为中性到酸性，古氏坩埚适用范围较广，但基本碱性产品使用的最多。古氏坩埚从铺设到测定，操作较为麻烦，且要求操作人员具有经验丰富，才能做到平行性良好的效果，因此很多企业不愿意使用。随着过滤设备的不断发展，微孔滤膜分离技术得到了更加广阔地应用。微孔滤膜分离技术是一种压力驱动型膜分离技术，其核心组件是采用高分子有机材料（如聚四氟乙烯、聚偏二氟乙烯等）制备的微孔滤膜。液体在过滤上下游压差力的作用下，经过微孔滤膜的过滤，流体中粒径大于膜孔径的微粒会被微孔滤膜截留或吸附，从而达到了固液分离的效果。滤膜微孔的均一性，使测定结果获得了更高地重复性和可靠性，在企业中的应用越来越广，得到了应用企业的普遍认可。

微孔滤膜过滤设备取得了良好应用，可以节约人力成本，提高劳动效率。本次修订标准的主要目的是将该过滤设备加入标准中，从而获得更加方便、快捷、准确的测定方法，同时对标准中部分技术内容进行完善和补充。

(二) 主要工作过程

1、起草阶段（2022.2~2022.9）

①起草工作组

起草工作组由浙江必利夫检测科技有限公司、多氟多化工股份有限公司、内蒙古默锐能源材料有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、中铝郑州有色金属研究院有限公司、广西贺州市科隆粉体有限公司、宁夏盈氟金和科技有限公司、湖北兴发化工集团股份有限公司、国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司、龙佰集团股份有限公司、天津院等单位组成。

②分工情况

天津院主要负责标准制修订工作总体协调，及资料收集、编写文献小结、组织召开标准工作会议、汇总试验方案、试验数据统计与比对、编写标准各阶段草案、编制说明及相关附件等工作。

起草工作组其他单位主要负责提供试验方案、征集试验样品、开展试验方法验证和试验数据汇总、参加工作会议讨论、对标准过程稿件提出修改意见等。

③调查研究过程

天津院接到上级部门下达的修订计划后，首先查阅了国内外标准及有关技术资料，并向生产、使用单位发函，进行调查并广泛征求对标准修订工作的意见，在此基础上提出了文献小结。2022年5月通过腾讯会议召开了该项国家标准工作方案会，会上生产单位就各自对该标准的使用情况进行了介绍。与会代表就此标准的名称、过滤设备、检验方法等内容进行了深入、细致的讨论，提出了工作方案，并对各项工作任务及工作进度做了详细的安排。本次修订标准重点解决了增加微孔滤膜法的问题，根据起草工作组的实际情况，选择有能力的单位对本单位产品进行方法验证，获得方法的精密度数据。

④验证过程

由天津院提出验证水不溶物含量测定方法的对比试验方案，起草工作组成员中的内蒙古默锐能源材料有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司、中铝郑州有色金属研究院有限公司和天津院进行了水不溶物含量的验证试验工作。

对比验证数据分析及验证评价（或结论）见本编制说明第三章。

⑤工作组讨论稿

根据前期调查情况，天津院于2022年11月提出工作组讨论稿。

2、标准征求意见阶段（2022.12~）

1) 广泛征求意见

在起草阶段工作基础上，由负责起草单位对工作组讨论稿进行了进一步的讨论和修改，其后提出标准草案征求意见稿及编制说明。于2022年12月向无机化工分技术委员会的委员、生产、使用及检验机构等单位发送了电子文件征求意见稿及编制说明，并在网上（www.trici.com.cn）公开征求意见。

二、国家标准编制原则、标准体系和确定国家标准主要内容

（一）国家标准编制原则

- 1) 贯彻国家的有关方针、政策、法律、法规；
- 2) 有利于合理开发和利用国家资源，推广科学技术成果；
- 3) 积极采用国际标准和国外先进标准，促进对外经济技术合作与对外贸易的发展；
- 4) 保障安全和人民的身体健康，保护环境；
- 5) 充分考虑使用要求，维护消费者的利益；
- 6) 技术先进、经济合理、安全可靠、协调配套。

（二）标准体系

《无机化工产品中水不溶物测定通用方法》在无机化工标准体系中的位置：

方法标准-无机化工原料制造业通用方法，体系类目编号：01-063-01-03-02，体系编号：01-063-01-03-02-024。

（三）确定国家标准修订主要内容的论据

1、中文标准名称修改为两段式

2009年标准中文名称为“无机化工产品中水不溶物测定通用方法”，格式为一段式。英文名称

为“Inorganic chemicals for industrial use- General method for the determination of water insoluble matter”，格式为两段式；中英文格式存在不一致的情况。

本次修订将中文名称修改为“无机化工产品 水不溶物测定通用方法”，使中文与英文格式保持一致，修改后的标准名称更符合中文语境。

2、更改并完善了范围中各测定方法的适用范围

2009 年版标准的范围中规定了“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。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。”第一句话描述了玻璃砂坩埚法的适用范围，第二句话表达的内容是为了说明应按不溶物质量不小于 1 mg 作为确定试样称样量的依据。本次修订在范围中保留第一句话的内容，适当调整内容规定为：本文件规定的玻璃砂坩埚法适用于测定非碱性无机化工产品的水不溶物。将第二句话的内容调整语序，移动到第 7 章试验步骤中进行规定。

本次修订增加了微孔滤膜法，该方法选用的微孔滤膜材质为聚四氟乙烯，根据聚四氟乙烯的性质，适合过滤产品水溶液 pH 在 2~13 的物质，因此本次修订对该方法的适用范围进行了规定为：微孔滤膜法（材质为聚四氟乙烯）适用于测定无机化工产品水溶液 pH 在 2~13 的物质的水不溶物。

2009 年版标准已包括古氏坩埚法，但没有规定古氏坩埚法的适用范围。其过滤材料酸洗石棉既适合碱性物质也适合酸性物质，属于对所有无机产品都适用的过滤材料。根据酸洗石棉的性质，本次修订对该方法的适用范围规定如下：古氏坩埚法适用于测定所有无机化工产品的水不溶物。

3、玻璃砂坩埚法的改进

2009年版标准玻璃砂坩埚法测定步骤没有太大问题，本次修订标准根据使用标准的各方提出的建议，在步骤“用适当温度的热水洗涤残渣，至吸附在残渣上的试样主体完全洗去”后增加“（可根据情况采取检验滤液pH或定性检测的方法验证主体是否洗净）”。本次修订增加的规定是无机化工产品标准水不溶物测定中基本都会采取的步骤，因此进行相应增加可以使通用方法的洗涤操作步骤更加规范与明确。

4、古氏坩埚法的改进

新增的微孔滤膜法虽然可以适用大部分产品，但也有个别碱性较强的产品（如硅酸钠、氢氧化钠）不能用微孔滤膜进行测定，因此还有必要保留古氏坩埚法。古氏坩埚法适合产品的pH范围较宽，但因酸性无机化工产品一般都会采用更简便的玻璃砂坩埚法，因此只有碱性无机化工产品中水不溶物的测定才会使用古氏坩埚法。

2009年版标准规定的古氏坩埚法步骤中规定“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）”。首先洗涤用水的温度应该根据具体产品的实际情况进行选择，规定60℃~80℃的具体温度过于死板，给执行标准带来不便。其次通过检测洗液的pH来判断是否将主体清洗干净的规定不够全面，应增加对主体进行定性鉴定的要求，具体产品可以根据实际情况进行选择。对于主体无法定性检测的产品可以选择检测洗液的pH进行判定，对于主体可以进行定性鉴定的应采用定性检测的方法进行判定。因此本次修订确定将“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）”修改为“用适当温度的热水洗涤残渣，至吸附在残渣上的试样主体洗净（可根据情况采取检验滤液pH或定性检测的方法验证主体是否洗净）”。

5、增加了微孔滤膜法

随着过滤设备的不断发展，微孔滤膜分离技术得到了更加广阔地应用。微孔滤膜分离技术是一种压力驱动型膜分离技术，其核心组件是采用高分子有机材料（如聚四氟乙烯、聚偏二氟乙烯等）或无机材料（陶瓷、玻璃纤维、金属等）制备的微孔滤膜。液体在过滤上下游压差力的作用下，经过微孔滤膜的过滤，流体中粒径大于膜孔径的微粒会被微孔滤膜截留或吸附，从而达到了固液分离的效果。微孔滤膜具有孔径均匀，孔隙率高，无介质脱落，质地薄，阻力小，滤速快，吸附小的特点。滤膜微孔的均一性，使测定结果获得了更高地重复性和可靠性，在企业中的应用越来越广，近年来逐步应用于无机化工产品中水不溶物含量的测定，得到了应用企业的普遍认可。各种材质滤膜适用范围汇总于表1。

表 1 微孔滤膜材质使用条件对比

材质名称	酸碱性耐受情况	使用温度/最高使用温度	亲水/疏水
混合纤维素酯（MCE）	不耐有机溶液 不耐强酸、强碱 pH: 2~9	工作温度: $\leq 130^{\circ}\text{C}$	亲水
尼龙/聚酰胺（PA）	耐弱酸 耐碱	最高操作温度: $\leq 100^{\circ}\text{C}$ 正常使用温度: $\leq 80^{\circ}\text{C}$	亲水
聚四氟乙烯（PTFE） （PP 或 PET 支撑）	耐强酸、强碱 pH: 2~13	工作温度: $\leq 120^{\circ}\text{C}$	亲水型
聚醚砜（PES）	不耐高浓度酸 pH: 4~8	工作温度: $\leq 130^{\circ}\text{C}$	亲水
聚偏氟乙烯（PVDF）	耐强酸、强碱 pH: 1~13 有聚酯无纺布的存在，膜不耐受 苛性碱、卤化物及强化性酸的腐 蚀	高温型工作温度: $\leq 90^{\circ}\text{C}$ 一般型工作温度: $\leq 70^{\circ}\text{C}$	亲水型
聚丙烯（PP）	耐强酸、耐强碱	工作温度: $\leq 80^{\circ}\text{C}$ 工作温度: $\leq 100^{\circ}\text{C}$	亲水

选择微孔滤膜材质主要从以下三个方面进行考虑，一是酸碱耐受情况，二是使用温度，三是亲水性。无机化工产品种类繁多，因此尽量选择酸碱耐受适用范围宽的材质，同时考虑滤膜需经 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重，因此应选择工作温度可以适应干燥温度的材质。满足以上条件，可以适用的材质只有亲水型聚四氟乙烯（PTFE）滤膜。目前无机化工产品中的磷酸、碳酸钠、铬酸酐三个产品标准已经采用微孔滤膜过滤设备测定水不溶物含量。其中铬酸酐选用的是 $0.22\ \mu\text{m}$ 的，另外 2 个产品选用的是 $0.45\ \mu\text{m}$ 。调研结果显示水不溶物含量测定多采用 $0.45\ \mu\text{m}$ 的微孔滤膜，本次修订确定微孔滤膜规格为：孔径为 $0.45\ \mu\text{m}$ ，材质为聚四氟乙烯（PTFE），直径为 $47\ \text{mm} \sim 50\ \text{mm}$ 。同时为了加强标准的适用性，规定了“或根据产品性质选择其他孔径和材质”。

6、增加质量恒定的操作步骤和条件

收集到的国内相关标准中对质量恒定条件的规定差别较大，有的标准规定的比较具体，写明了首次干燥时间（1h、1.5h、2h 等）、重复干燥时间（30min、1h、2h 等）和质量恒定的最后两次称量质量差的要求（两次质量之差 0.0001g 、 0.0002g 、 0.0004g ）。有的标准写的较为简单，只规定了

干燥至质量恒定，如本次要修订的 2009 年版标准。

本次修订标准为了给操作人员更加明确的指导，确定对质量恒定的操作步骤和条件进行规定。参考国内标准的规定，并根据分析化学对此的一般要求，本标准规定为：首次干燥时间为 1 h~2 h，于干燥器中冷却 30 min 后称量。再次置于恒温干燥箱中干燥 30 min，于干燥器中冷却 30 min 后称量，重复直至相邻两次质量值之差不大于 0.0002 g 为止，记录最后一次质量值。

三、主要试验（或验证）的分析、综述报告、技术经济论证、预期的经济效果

(一) 对重要步骤过程的分析

1、对玻璃砂坩埚法的验证

本次修订玻璃砂坩埚的测定步骤没有做大的改动，只是适当的补充完善了主体清洗干净的试验步骤。根据修改后的操作选取氯化钠、硫酸钾镁肥、硫酸钾和硝酸钙样品进行了 8 平行试验，数据列于表 2、表 3 和表 4。

表 2 内蒙古默锐能源材料有限公司样品验证数据

样品 编号	水不溶物含量/%									标准	RSD
	1	2	3	4	5	6	7	8	平均值	偏差	%
1	0.0063	0.0058	0.0062	0.0057	0.0057	0.0059	0.0063	0.0058	0.0060	0.00026	4.4
2	0.0056	0.0060	0.0064	0.0069	0.0061	0.0060	0.0061	0.0062	0.0062	0.00037	6.1
样品名称：氯化钠				称样量：20 g				加水量：250 mL			
过滤设备：玻璃砂坩埚（G4）				洗涤终止条件：定性检测洗液中氯离子							

表 3 国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司样品验证数据

样品 编号	水不溶物含量/%									标准	RSD
	1	2	3	4	5	6	7	8	平均值	偏差	%
硫酸钾 镁肥	0.22	0.18	0.17	0.20	0.21	0.15	0.19	0.20	0.19	0.023	11.9
硫酸钾	0.06	0.06	0.06	0.08	0.08	0.08	0.08	0.10	0.075	0.014	18.9
样品名称：硫酸钾镁肥、硫酸钾				称样量：1 g				加水量：250 mL			
过滤设备：玻璃砂坩埚（G4）				洗涤终止条件：定性检测洗液中硫酸根离子							

表 4 中铝郑州有色金属研究院有限公司样品验证数据

样品 编号	水不溶物含量/%									标准	RSD
	1	2	3	4	5	6	7	8	平均值	偏差	%
1	0.109	0.106	0.105	0.109	0.106	0.108	0.108	0.105	0.107	0.0017	1.6
样品名称：工业硝酸钙				称样量：20 g				加水量：200 mL			
过滤设备：玻璃砂坩埚（G4）				洗涤终止条件：定性检测洗液中硝酸根离子（用二苯胺-硫酸溶液检查）							

2、微孔滤膜法的验证

选取工业碳酸钠样品使用古氏坩埚法与微孔滤膜法对 8 个样品的水不溶物含量进行对比分析，对比试验结果列于表 6。

表 6 水不溶物含量对比试验数据

样品 编号	对比试验结果/%					
	河南中源样品		山东海化样品		唐山三友样品	
	古氏坩埚法	微孔滤膜法	古氏坩埚法	微孔滤膜法	古氏坩埚法	微孔滤膜法
1	0.001	0.002	-0.0003	0.007	0.0095	0.01
2	0.004	0.005	0.006	0.0058	0.009	0.01
3	0.019	0.012	0.0059	0.0061	0.0075	0.0075
4	0.015	0.014	0.0063	0.006	0.007	0.0075
5	0.024	0.011	-0.001	0.0045	0.0065	0.007
6	0.021	0.021	0.0077	0.0079	0.006	0.005
7	0.028	0.025	0.0081	0.0078	0.003	0.0035
8	0.035	0.031	0.006	0.0065	0.0015	0.0025
对比 结果	古氏坩埚法与微孔滤膜法对比结论： $\bar{d} = 0.0033$ $Sd=0.0048$ $t=1.91$ 由 t 表查得 $t_{0.05}(7)=2.37$ $t < t_{0.05}(7)$ 即两种方法测定结果之间无显著性差异		古氏坩埚法与微孔滤膜法对比结论： $\bar{d} = 0.0016$ $Sd=0.003$ $t=1.52$ 由 t 表查得 $t_{0.05}(7)=2.37$ $t < t_{0.05}(7)$ 即两种方法测定结果之间无显著性差异		古氏坩埚法与微孔滤膜法对比结论： $\bar{d} = 0.0004$ $Sd=0.00064$ $t=1.66$ 由 t 表查得 $t_{0.05}(7)=2.37$ $t < t_{0.05}(7)$ 即两种方法测定结果之间无显著性差异	

从对比试验结论看，微孔滤膜法和古氏坩埚法不存在显著性差异，且该方法与古氏坩埚法比较具有铺制简单，操作方便，过滤效果好，精密度高的优点。

选取碳酸钠和硫酸钴样品使用微孔滤膜法进行同一样品的八平行试验，数据列于表 7 和表 8。

表 7 微孔滤膜法测定碳酸钠中水不溶物八平行试验数据

平行测定次数	八平行试验结果/%		
	河南中源碳酸钠样品	山东海化碳酸钠样品	唐山三友碳酸钠样品
1	0.012	0.0071	0.006
2	0.016	0.0072	0.0065
3	0.017	0.007	0.007
4	0.012	0.0071	0.0065
5	0.019	0.0072	0.0075
6	0.019	0.0073	0.006
7	0.015	0.007	0.0065
8	0.019	0.007	0.007
平均值	0.016	0.0071	0.0066
标准偏差	0.0029	0.00011	0.00052
相对标准偏差	18.3%	1.6%	7.8%

表 8 浙江华友钴业股份有限公司验证数据

样品	水不溶物含量/%	标准	RSD
----	----------	----	-----

编号	1	2	3	4	5	6	7	8	平均值	偏差	%
1	0.0006	0.0004	0.0005	0.0005	0.0004	0.0006	0.0005	0.0007	0.00052	0.0001	19.7
样品名称：硫酸钴				称样量：100g				加水量：300mL			
过滤设备：0.45μm 微孔滤膜				洗涤终止条件：滤液 pH 为中性							

从八平行试验数据分析，微孔滤膜法的相对标准偏差小于 20 %，适合水不溶物含量的测定。

3、对古氏坩埚法的验证

选取工业硅酸钠样品对古氏坩埚法进行了 8 平行验证，数据汇总于表 9。

表 9 古氏坩埚法验证数据

样品 编号	水不溶物含量/%									标准	RSD
	1	2	3	4	5	6	7	8	平均值	偏差	%
1	0.052	0.054	0.056	0.050	0.052	0.054	0.053	0.056	0.053	0.0021	3.9
2	0.12	0.15	0.17	0.14	0.18	0.12	0.10	0.13	0.14	0.027	19.4
样品名称：工业硅酸钠				称样量：5 g				加水量：300 mL			
过滤设备：古氏坩埚				洗涤终止条件：滤液 pH 为 7							

(二) 技术经济论证

本标准修订，增加了微孔滤膜法用于无机化工产品的水不溶物测定，该方法与古氏坩埚法相比，具有测定时间短，耗水量低的优势，一般样品用古氏坩埚测定花费的时间大于 25h，改用微孔滤膜法测定平均耗时 3.5 h~4 h，对比看每个样品至少可以节省约 20 h 的分析时间。从用水量分析，每个古氏坩埚铺设到过滤样品大概需要约 500 mL~800 mL 去离子水，而微孔滤膜法大概只需要约 250 mL~400 mL 的去离子水。

(三) 预期达到的经济效果

本次修订标准对上版标准中不严谨的技术内容进行了完善和补充，最大的亮点是增加了微孔滤膜法测定无机化工产品的水不溶物含量，使该方法的应用得到了有效的技术支持，对推广该方法的广泛使用起到了积极推动作用。随着该方法使用量的不断增加，可使分析检验节省大量人力、物力和水资源。

四、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

(一) 国内外标准汇总

通过对国外标准资料的检索，收集到的国际或国外的相关标准有：ISO 6353-1-1982《化学分析试剂 第一部分：通用试验方法》、ISO 10349-2-1992《摄影 摄影级化学品试验方法 第 2 部分：水不溶物的测定》、ISO 2995-1974《工业用硝酸铵 水不溶物测定 重量法》、BS4427-1969《工业用三聚磷酸钠 水不溶物含量的测定》、BS6075-1981《工业用氢氧化钠 水不溶物含量的测定》。

国内相关标准有 GB/T 23948-2009《无机化工产品中水不溶物测定通用方法》（本次修订标准，以下简称 2009 年版标准）、GB/T 9738-2008《化学试剂 水不溶物测定通用方法》、GB/T 13025.4-2012《制盐工业通用试验方法 水不溶物的测定》、GB/T 20432.2-2007《摄影 照相级化学品 试验方法 第 2 部分：水不溶物的测定》、GB/T 28136-2011《农药水不溶物测定方法》、NY/T 1973-2021《水溶肥料 水不溶物含量和 pH 的测定》，以及 GB/T 23835.4-2009《无水高氯酸锂 第 4 部分：水不溶物含量的

测定》等 7 个具体产品的水不溶物测定方法。

（二）国内外标准对比情况分析

1、国外标准情况分析

分析搜集到的国外标准，化学分析试剂通用试验方法以及产品标准中的水不溶物测定均采用玻璃砂坩埚过滤法。选用的坩埚孔径有差别，分为两种 $5\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ 和 $16\mu\text{m}\sim 40\mu\text{m}$ 。恒重温度为 $105^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 和 $110^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 两种，干燥温度虽有差别，但对测定结果来说影响不大。样品处理分为两种，一种易溶于水无机盐，一种较难溶于水无机盐。样品取样量差别较大，从10g到100g，没有注明取样量的依据。

2、国内标准情况分析

国内标准水不溶物测定方法对比见附表1。

1) 过滤器材

对国内标准使用的过滤器材进行了对比，主要分为以下三类：

- a) 玻璃砂坩埚法，适用于非碱性水溶性固体水不溶物含量的测定，坩埚规格除个别产品使用G3坩埚，其他大部分均使用的是滤板孔径 $5\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ 的坩埚（G4坩埚）。2009年版标准规定玻璃砂坩埚法适用于非碱性物质水不溶物的测定，标准中没有明确坩埚的具体规格，规定的是“根据产品标准选用适当孔径的玻璃砂坩埚”，因此具体无机化工产品应用本标准时需要根据产品特点选择滤板孔径。查询了我归口单位负责的所有无机化工产品标准，均选用的是滤板孔径 $5\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ 的玻璃砂坩埚（G4坩埚）。
- b) 古氏坩埚法，收集到的标准中只有2009年版标准中规定了古氏坩埚法，古氏坩埚法适用范围较广，酸性及碱性均适用，但因铺设到测定，操作较为麻烦，因此基本只有无法使用玻璃砂坩埚的碱性产品才会使用这种设备进行测定。我归口单位负责的无机化工产品中使用的古氏坩埚的产品有碳酸钠、碳酸氢钠、十水合四硼酸二钠、氯酸钾、重质碳酸钾、硫化钠、硅酸钠、硅酸钾钠和偏硅酸钠。
- c) 布氏漏斗法，个别具有胶体性质的无机盐产品采用，布氏漏斗直径 $\phi 60\text{mm}\sim 80\text{mm}$ ，配合定量滤纸使用，较多用于化学合成中进行沉淀分离时使用。目前收集到的标准中只有YB/T 5326-2006《黄血盐钠水不溶物的测定方法》中使用到了布氏漏斗。因干燥和称量操作不易平行控制，很少作为水不溶物含量测定设备。

2) 干燥温度

收集到的标准中干燥温度主要集中在 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 和 $105^{\circ}\text{C}\sim 110^{\circ}\text{C}$ 两种方式。因以质量恒定作为干燥结束的控制条件，因此以上干燥温度的差别对测定结果几乎无影响。

3) 恒重条件

收集到的标准中对恒重条件的规定差别较大，有的标准规定的比较具体，写明了首次干燥时间（1h、1.5h、2h等）、重复干燥时间（30min、1h、2h等）和质量恒定的最后两次称量质量差的要求（两次质量之差0.0001g、0.0002g、0.0004g）。有的标准写的较为简单，只规定了干燥至质量恒定，如本次要修订的2009年版标准。

4) 精密度要求

收集到的标准中对精密度或允许差有要求的标准有6个，都是具体产品的水不溶物测定方法标准，通用方法标准对方法精密度基本没有要求。对水不溶物测定结果精密度产生影响的主要有以下

几个方面，一是称量误差；二是过滤设备差别带来的误差，如古氏坩埚铺设的均匀性不易控制；三是洗涤是否干净引起的误差，四是样品中水不溶物的不均匀性引起的误差。称量误差和洗涤误差可以通过规定分析天平的精度及控制洗涤条件进行控制，其中过滤设备和样品不均匀性属于随机误差，是无法控制的。考虑到以上原因，因对方法精密度影响较大的两个因素属于随机误差，与被测定样品本身情况相关性较大，且无法进行控制，因此通用方法标准的精密度也不好统一进行设置。

3、本版标准与国内外标准对比分析

本次修订标准主要技术内容调整如下：1)在原标准包括的玻璃砂坩埚法和古氏坩埚法的基础上，对过滤器材上进行了补充，增加的微孔滤膜法，该方法适用范围广，得到的测定结果精密度好，操作方便，节省分析时间和用水量。2)补充了质量恒定的操作步骤和条件，统一了操作步骤，为操作人员提供了明确的指导。3)补充完善了对主体清洗干净的判别方法。

与国内外相关标准相比，本次修订后标准的适用范围更广，测定步骤完善，推动了无机化工产品中水不溶物含量的测定方法的规范化。综合分析，本标准达到了国际先进水平。

《无机化工产品中水不溶物测定通用方法》

国家标准起草小组

2022 年 11 月 29 日

附表 1:

国内相关标准操作条件对比

标准编号	标准名称	方法要点
本次修订标准	无机化工产品 水不溶物测定通用方法	<p>1) 玻璃砂坩埚 适用对象: 非碱性无机化工产品 溶解条件: 适量水溶解 (必要时可用热水), 适当温度的热水洗涤 过滤器材: 滤板孔径 $5\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ (或根据产品性质选择其他孔径) +减压吸滤装置 洗涤终止条件: 至主体洗净 (可根据情况采取检验滤液 pH 或定性检测的方法) 干燥温度: $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$</p> <p>2) 古氏坩埚 适用对象: 所有无机化工产品 溶解条件: 适量水溶解 (必要时可用热水), 适当温度的热水洗涤 过滤器材: 古氏坩埚 30mL (配套酸洗石棉或石棉滤纸) +减压吸滤装置 洗涤终止条件: 至主体洗净 (可根据情况采取检验滤液 pH 或定性检测的方法) 干燥温度: $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$</p> <p>3) 微孔滤膜法 适用对象: 水溶液 pH 在 2~13 的无机化工产品 溶解条件: 适量水溶解 (必要时可用热水), 适当温度的热水洗涤 过滤器材: 微孔滤膜+膜式过滤装置+减压吸滤装置 洗涤终止条件: 至主体洗净 (可根据情况采取检验滤液 pH 或定性检测的方法) 干燥温度: $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$</p> <p>4) 恒重条件: 首次 1h~1h /重复干燥 30min/冷却 30min/0.0002g</p> <p>5) 允许差: 符合产品标准的规定</p>
GB/T 23948-2009	无机化工产品中水不溶物测定通用方法	<p>1) 玻璃砂坩埚 适用对象: 非碱性无机化工产品 溶解条件: 加热溶解, 冷却至室温, 热水洗涤 过滤器材: 适当孔径玻璃砂坩埚+减压吸滤装置 洗涤终止条件: 至样品主体完全洗去 干燥温度: $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒重条件: 冷却 30min/质量恒定</p> <p>2) 古氏坩埚 适用对象: 无机化工产品 溶解条件: $60^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$ 水溶解, 趁热过滤, 同温度水洗涤 过滤器材: 古氏坩埚 30mL (配套酸洗石棉或石棉滤纸) +减压吸滤装置 洗涤终止条: 洗涤至无碱性反应 (广泛 pH 试纸检验) 干燥温度: $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒重条件: 冷却 30min/质量恒定</p> <p>3) 允许差: 符合产品标准的规定</p>

标准编号	标准名称	方法要点
<u>GB/T</u> <u>9738-2008</u>	化学试剂 水不溶物测定通用方法	适用对象：化学试剂 溶解条件：沸水溶解/冷却后过滤/热水洗涤/主体洗净 过滤器材：玻璃滤坩 5 μ m~15 μ m 干燥温度：105℃ \pm 2℃ 恒重条件：/ 允许差：/
<u>GB/T</u> <u>20432.2-2007</u>	摄影 照相级化学品 试验方法 第2部分：水不溶物的测定	适用对象：照相级化学品 溶解条件：蒸汽浴加热 30min/热水洗涤 过滤器材：过滤坩埚 10 μ m~15 μ m 干燥温度：105℃~115℃ 恒重条件：1次 4h/不重复 允许差：/
<u>GB/T</u> <u>28136-2011</u>	农药水不溶物测定方法	适用对象：农药 溶解条件：①加热至沸腾溶解可溶物/趁热过滤/75mL 热水洗涤。 ②冷水溶解/75mL 冷水洗涤 过滤器材：G3 玻璃砂坩埚 干燥温度：105℃ \pm 2℃ 恒重条件：/ 允许差：/
<u>GB/T</u> <u>13025.4-2012</u>	制盐工业通用试验方法 水不溶物的测定	适用对象：工业盐 溶解条件：加热至近沸 过滤器材：3号玻璃砂坩埚 干燥温度：110℃ \pm 2℃ 恒重条件：首次 1h/重复 30min/冷却至室温/0.0002g 精密密度：<0.15% \rightarrow 绝对差值 \leq 0.01% 0.15%.~0.30% \rightarrow 绝对差值 \leq 0.02% >0.30% \rightarrow 绝对差值 \leq 0.03%
<u>NY/T</u> <u>1973-2021</u>	水溶肥料 水不溶物含量和 pH 的测定	适用对象：水溶肥料 溶解条件：室温溶解/固定水量洗涤 过滤器材：玻璃滤坩 50 μ m~70 μ m 干燥温度：110℃ \pm 2℃ 恒重条件：1h 精密密度：0.10%.~0.50% \rightarrow 相对相差 \leq 50% 0.50%.~1.00% \rightarrow 相对相差 \leq 30% >1.00% \rightarrow 相对相差 \leq 15%
<u>GB/T</u> <u>23835.4-2009</u>	无水高氯酸锂 第4部分：水不溶物含量的测定	适用对象：无水高氯酸锂 溶解条件：加热溶解 过滤器材：玻璃砂坩埚 5 μ m~15 μ m 干燥温度：105℃ \pm 2℃ 恒重条件：干燥至质量恒定 允许差：绝对差值 \leq 0.005%

标准编号	标准名称	方法要点
<u>GB/T16484.1 6-2009</u>	氯化稀土、碳酸轻稀土化学分析方法 第16部分：氯化稀土中水不溶物量的测定 重量法	适用对象：氯化稀土、碳酸轻稀土 溶解条件：常温溶解 过滤器材：G4 玻璃砂漏斗 干燥温度：110℃ 恒重条件：首次 2h/重复 2h/冷却 25min/0.0001g
<u>GB/T 23368.1-2009</u>	偏钨酸铵化学分析方法 第1部分：水不溶物量的测定 称量法	适用对象：偏钨酸铵 溶解条件：25℃±5℃蒸馏水、去离子水 过滤器材：G4 玻璃砂坩埚 干燥温度：105℃~110℃ 恒重条件：首次 1h/重复 1h/冷却至室温
<u>GB/T 2441.6-2010</u>	尿素的测定方法 第6部分：水不溶物含量 重量法	适用对象：尿素 溶解条件：90℃水浴保温 30min/热水洗涤 过滤器材：4 号玻璃砂坩埚式滤器 干燥温度：105℃~110℃ 恒重条件：/ 允许差：0.0050%
<u>YB/T 5326-2006</u>	黄血盐钠水不溶物的测定方法	适用对象：黄血盐钠 溶解条件：80℃~90℃热水溶解/趁热过滤/热水洗涤/主体洗净 过滤器材：布氏漏斗+中速定量滤纸 干燥温度：105℃~110℃ 恒重条件：初次 90min/重复每次 30min/0.0004g 允许差：/
<u>YS/T 715.5-2009</u>	二氧化硒化学分析方法 第5部分：水不溶物含量的测定 重量法	适用对象：二氧化硒 溶解条件：加热溶解/冷却过滤/洗涤至 pH 为 6。 过滤器材：砂芯玻璃坩埚 5 μm~15 μm 干燥温度：105℃~110℃ 恒重条件：/ 精密度：重复性和再现性
YS/T 535.8-2009	氟化钠化学分析方法 第8部分 水不溶物含量的测定 重量法	适用对象：氟化钠 溶解条件：加热近沸保持 10min 溶解/趁热过滤/固定水量洗涤 过滤器材：G3 玻璃过滤坩埚 干燥温度：110℃±8℃ 恒重条件：初次 2h/重复/0.0001g 允许差：≤1.0%→绝对差值≤0.1% >1.0%~2.0%→绝对差值≤0.2% >2.0%~5.0%→绝对差值≤0.3% >5.0%~15.0%→绝对差值≤0.4%