

中华人民共和国国家标准

GB/T 23948—××××
代替 GB/T 23948—2009

无机化工产品 水不溶物测定通用方法

Inorganic chemicals for industrial use-

General method for the determination of water insoluble matter

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局

国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB 23948—2009《无机化工产品中水不溶物测定通用方法》，与 GB 23948—2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了中文标准名称（见封面，2008年版的封面）；
- b) 更改了范围（见第1章，2008年版的第1章）；
- c) 增加了试验称样量（见7.1）；
- d) 完善了玻璃砂坩埚法和古氏坩埚法试验步骤中主体清洗干净的判定方法（见7.2和7.3.2，2008年版的6.1和6.2）；
- e) 增加了微孔滤膜法（见7.3）；
- f) 增加了质量恒定操作步骤（见7.4）。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

——本文件于2009年首次发布，本次为第一次修订。

无机化工产品 水不溶物测定通用方法

1 范围

本文件规定了无机化工产品的水不溶物含量测定通用方法的原理、试剂或材料、仪器设备、试验步骤和试验数据处理。

本文件适用于无机化工产品的水不溶物含量的测定。

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，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，古氏坩埚法适用于测定所有无机化工产品的水不溶物。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

用水溶解样品，采用适合的过滤设备（玻璃砂坩埚、古氏坩埚或微孔滤膜）将样品中不溶性物质滤出，用水洗涤滤渣，使之与样品主体完全分离，烘干后用电子天平称出不溶物的质量。

5 试剂或材料

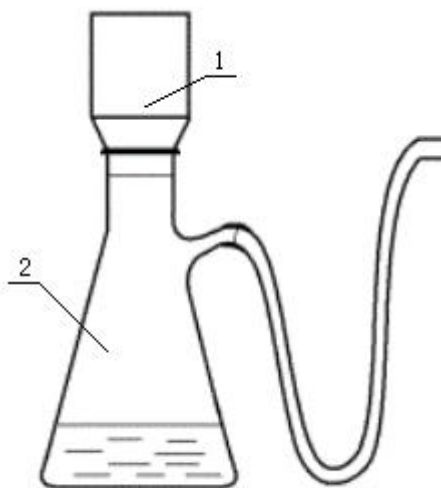
5.1 水：符合 GB/T 6682—2008 中三级水的规格。

5.2 酸洗石棉：取适量酸洗石棉，浸泡于盐酸溶液（1+3）中，煮沸 20 min，用布氏漏斗过滤并用水洗涤至中性。再用氢氧化钠溶液（50 g/L）浸泡并煮沸 20 min，用布氏漏斗过滤并用水洗涤至近中性（用广泛 pH 试纸检验）。用水调成稀糊状，备用。

6 仪器设备

6.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm ~15 μm ，或根据产品性质选择其他孔径。按附录 A 规定的方法进行前处理。

- 6.2 古氏坩埚：容量 30 mL。
- 6.3 微孔滤膜：孔径为 $0.45\ \mu\text{m}$ ，材质为聚四氟乙烯（PTFE），直径为 47 mm~50 mm。或根据产品性质选择其他孔径和材质。
- 6.4 减压吸滤装置，见图 1。
- 6.5 膜式过滤装置：1000 mL。
- 6.6 电热恒温干燥箱：温度可保持在 $105\ ^\circ\text{C} \pm 2\ ^\circ\text{C}$ 。



标引序号说明：

- 1——过滤设备（玻璃砂坩埚或古氏坩埚）；
- 2——抽滤瓶。

图1 减压吸滤装置

7 试验步骤

7.1 试样称样量

用本文件规定的方法测定水不溶物，确定试样称样量时，应保证按水不溶物指标值计算所得到的不溶物质量不小于 1 mg。

7.2 玻璃砂坩埚法

根据产品性质选用适当孔径的玻璃砂坩埚，将清洗干净的玻璃砂坩埚置于电热恒温干燥箱中，于 $105\ ^\circ\text{C} \pm 2\ ^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定。

称取一定量的试样，加适量水使试样完全溶解（必要时可用热水）。将已干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚置于减压吸滤装置的抽滤瓶上，过滤试样溶液，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）。将玻璃砂坩埚连同残渣置于电热恒温干燥箱中，于 $105\ ^\circ\text{C} \pm 2\ ^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定。

7.3 古氏坩埚法

7.3.1 古氏坩埚的制备

将古氏坩埚置于减压吸滤装置的抽滤瓶上，在坩埚筛板上下各均匀铺一层酸洗石棉，边抽滤边用平头玻璃棒压紧，每层厚度约3 mm。用60℃～80℃的水洗至滤液中不含石棉毛为止。取下坩埚置于电热恒温干燥箱中，于105℃±2℃干燥至质量恒定为止。

注：可根据产品中水不溶物的情况选用适当孔径的石棉滤纸代替酸洗石棉。

7.3.2 试验

称取一定量的试样，置于400 mL烧杯中，加适量水使试样完全溶解（必要时可用热水）。将已干燥至质量恒定的古氏坩埚置于减压吸滤装置的抽滤瓶上，过滤试样溶液，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）。将坩埚连同残渣置于电热恒温干燥箱中，于105℃±2℃干燥至质量恒定。

7.4 微孔滤膜法

将微孔滤膜放于称量瓶中，置于电热恒温干燥箱中，于105℃±2℃干燥至质量恒定。将微孔滤膜与膜式过滤装置组装在一起，备用。

称取规定量的试样，加适量水使试样完全溶解（必要时可用热水）。用已组装好的过滤装置过滤，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）。将微孔滤膜小心取下放入原称量瓶中，置于电热恒温干燥箱中，于105℃±2℃干燥至质量恒定。

7.5 质量恒定的操作

将过滤设备置于电热恒温干燥箱，首次干燥时间为1 h~2 h，于干燥器中冷却30 min后称量。再次干燥30 min，于干燥器中冷却30 min后称量，重复以上步骤，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。

8 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w 计，按公式（1）计算：

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

式中：

m_2 ——水不溶物和过滤设备质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——过滤设备质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，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应符合产品标准的规定。

附录A
玻璃砂坩埚的前处理
(规范性附录)

A.1 将玻璃砂坩埚置于烧杯中，加盐酸溶液(1+1)至完全浸没玻璃砂坩埚，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 将玻璃砂坩埚置于减压吸滤装置的抽滤瓶上，用水充分洗涤干净(用广泛pH试纸检测洗液近中性)。
