

ICS 71.080.40
G 15

SH

中华人民共和国石油化工行业标准

SH/T 1499.4—1997

精己二酸灰分的测定

Pure adipic acid—Determination of ash

1997-07-12 发布

1997-12-01 实施

中国石油化工总公司 发布

前 言

本标准系等效采用ГОСТ 10558—80* (1989年9月通过No. 2, 1992年3月通过No. 3修改通知单)《己二酸 技术条件》中4.8灰分质量分数的测定,对SH/T 1499—92《精己二酸》中2.6灰分的测定进行复审确认的试验方法。

本标准因精己二酸质量指标中灰分的指标值与ГОСТ 10558相比降低较多,故将试样取用量增至100g,以保证定量精度;与SH/T 1499中2.6相比,增加了瓷质坩埚也允许使用,以及残留物灼烧需重复至恒重的具体规定,并按数理统计方法确定了95%置信水平条件的精密度(重复性)。

本版本按GB/T 1.1—1993的编辑要求重新编写,对章节作了全面的补充和调整。

本标准自实施之日起,同时代替SH/T 1499—92中2.6灰分的测定。

本标准由辽阳石油化纤公司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会石油化学分技术委员会归口。

本标准由辽阳石油化纤公司质检处负责起草。

本标准主要起草人:徐岩、郭书荣、王泽安、应玉芝、温荣。

本标准于1986年10月10日首次发布,于1997年7月12日第一次确认。

1 范围

本标准规定了精己二酸灰分的测定方法。

本标准适用于精己二酸灰分的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

GB/T 6679—86 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

将试样熔融后点燃,使其燃烧到只剩下灰分和残留的碳,碳质残留物再在 $600^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 马福炉中灼烧成灰分,然后冷却并称重。

4 试剂和溶液

除另有注明外,所有试剂均为分析纯,所用的水应符合 GB/T 6682 规定的三级水规格。

4.1 盐酸溶液(1:4)。

4.2 硫酸氢钾。

5 仪器和设备

5.1 分析天平:感量为 0.1mg。

5.2 马福炉:温度范围为 $500^{\circ}\text{C} \sim 800^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 酒精喷灯。

5.4 铂皿或瓷坩埚:容积为 150mL。

5.5 带铂包头的坩埚钳。

6 采样

按 GB/T 6678、GB/T 6679 的有关规定采取样品。

7 分析步骤

首先将铂皿(5.4)洗净,放入少量的硫酸氢钾(4.2),用酒精喷灯(5.3)加热,使之熔融并转动铂皿,让其均匀地涂在内壁上,冷却后用水浸泡,冲洗,使沾在壁上的硫酸氢钾全部洗掉,此操作可重复进行,