

ICS 71. 100. 99
G 74
备案号：56391—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5030—2016

硫化钴钼用催化剂化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition
for cobalt molybdenum curing uses catalyst

2016-10-22 发布

2017-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化工催化剂分技术委员会（SAC/TC63/SC10）归口。

本标准起草单位：南化集团研究院、江苏省产品质量监督检验研究院、山东省产品质量检验研究院。

本标准主要起草人：孙雪玲、薛彦军、邱爱玲、翟中华、李敏、孙长恩。

硫化钴钼用催化剂化学成分分析方法

警告——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题，使用者操作时应小心谨慎，并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了硫化钴钼用催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于硫化钴钼用催化剂中有效硫、钴、钼、钙、镁、氯、水分质量分数的测定。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 一般规定

本标准离子色谱法用水为电阻率值不小于 $18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 的纯水。其他所用试剂和水在没有注明要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

4 采样

4.1 实验室样品

按 GB/T 6679 的规定取得。

4.2 试样

将实验室样品混合均匀，用四分法分取约 40 g，在瓷研钵中破碎研细，再用四分法分取约 20 g，继续研细至试样全部通过 $150\text{ }\mu\text{m}$ 试验筛（符合 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）。试样放入称量瓶中，置于干燥器内，备用。

5 试料溶液的制备

5.1 试剂

5.1.1 高氯酸。

HG/T 5030—2016

5.1.2 氢氟酸。

5.1.3 盐酸溶液：1+1。

5.2 操作步骤

称取 0.5 g 试样（见 4.2），精确至 0.000 1 g。置于 150 mL 铂皿内，放入 500 ℃ 马弗炉中，灼烧 1 h。取出，冷却，用水润湿，加入 4 mL 高氯酸、10 mL 氢氟酸，置于可调电炉上加热蒸发至近干。再加入 10 mL 盐酸溶液，继续加热使盐类完全溶解。取下，稍冷，移入 250 mL 容量瓶中。冷却，用水稀释至刻度，摇匀。

6 有效硫质量分数的测定

6.1 原理

催化剂在高温条件下与空气中的氧气反应生成二氧化硫，用过氧化氢溶液吸收并氧化成硫酸。以甲基红-亚甲基蓝为混合指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

6.2 试剂和材料

6.2.1 无水氯化钙：化学纯，块状。

6.2.2 烧碱石棉：粒状。

6.2.3 盐酸溶液：1+2。

6.2.4 过氧化氢溶液：1+9。

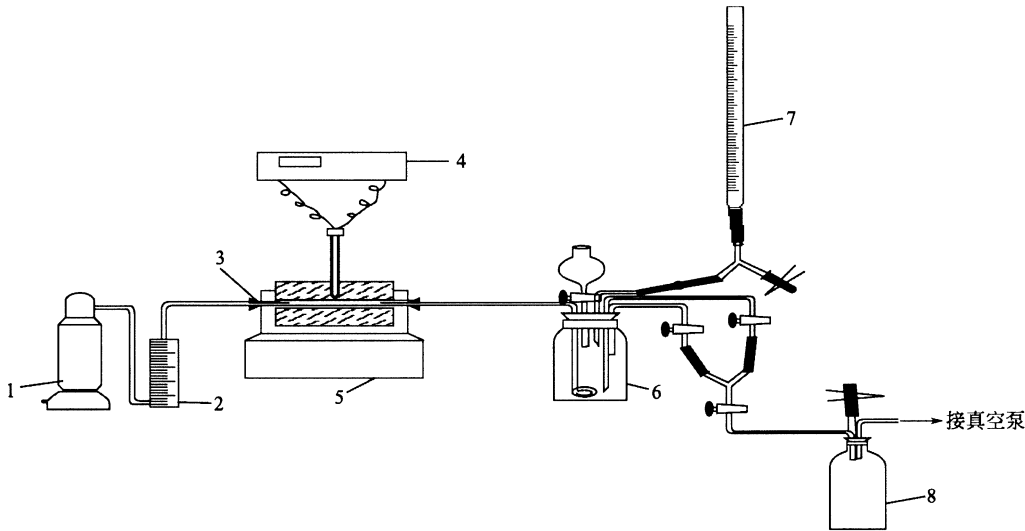
6.2.5 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.2.6 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂。

6.2.7 瓷舟：长 88 mm，内宽 11 mm，高 10 mm。使用前在盐酸溶液中煮沸，清洗干净，烘干，在 900 ℃ 灼烧 1 h，冷却后置于干燥器中备用。

6.3 仪器

有效硫质量分数测定装置示意图见图 1。



- 说明：
- 1 干燥塔（底部装有烧碱石棉，上部装无水氯化钙，中间隔以玻璃纤维）；
 - 2 转子流量计；
 - 3 石英玻璃管；
 - 4 温度自动控制器；
 - 5 管式燃烧炉；
 - 6 吸收瓶；
 - 7 碱式滴定管；
 - 8 缓冲瓶。

图 1 有效硫质量分数测定装置示意图

6.4 分析步骤

- 6.4.1 启动真空泵，调节抽气量为 0.8 L/min。打开漏斗的活塞，从漏斗中注入 20 mL 过氧化氢溶液、5 滴~7 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示剂，再用约 80 mL 水冲洗，关闭活塞。当炉温升至 850 ℃ 时，滴加氢氧化钠标准滴定溶液至溶液恰变为亮绿色不变为止（此时燃烧 1 个~2 个试样以平衡条件）。然后切断燃烧炉电源，将氢氧化钠标准滴定溶液调整到滴定管零刻度处。
- 6.4.2 称取 0.1 g~0.2 g（精确至 0.000 1 g）于 80 ℃ 干燥至恒量的试样，平铺于瓷舟底部，备用。
- 6.4.3 在燃烧炉温度降至 400 ℃ 时，将盛有试样的瓷舟送入燃烧管中部，立即塞紧塞子，接通电源，在 450 ℃ 燃烧 5 min~10 min，然后逐渐升温至 850 ℃。燃烧过程中，随时以氢氧化钠标准滴定溶液滴定生成的酸，并保持 5 min 颜色无变化。冲洗支管 3 次，继续以氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫色恰变成亮绿色为终点。
- 6.4.4 取下磁管进口橡皮塞，拉出瓷舟，进行下一个试样测定。

6.5 结果计算

有效硫质量分数（以干基计） w_1 ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{cV \times 0.016\ 03}{m} \times 100\ \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
- V ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- m ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

HG/T 5030—2016

0.016 03——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液相当的以克表示的硫的质量。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.5 %。

7 氧化钴质量分数的测定

7.1 原理

在溶液 pH 值为 5.6~6 的溶液中，钴与亚硝基 R 盐生成红色络合物，对此络合物做吸光度测定。用焦磷酸钠消除钙、镁干扰。

7.2 试剂

7.2.1 硝酸。

7.2.2 焦磷酸钠溶液：80 g/L。

7.2.3 亚硝基 R 盐（1-亚硝基-2-萘酚-3,6-二磺酸钠）溶液：5 g/L。

过滤后贮于棕色瓶中。

7.2.4 醋酸钠-磷酸二氢钠混合溶液：称取无水醋酸钠 25 g、无水磷酸二氢钠 25 g，置于 500 mL 烧杯内，加水溶解，稀释至 500 mL。

7.2.5 氧化钴标准溶液：500 $\mu\text{g/mL}$ 。

将硫酸钴（ $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）于 500 $^{\circ}\text{C}$ ~550 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒量。称取 1.034 2 g 灼烧后的无水硫酸钴，置于 250 mL 烧杯中，加水溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.2.6 氧化钴标准溶液：50 $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 10.00 mL 氧化钴标准溶液（见 7.2.5），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时现配。

7.3 仪器

分光光度计：具有 530 nm 波长。

7.4 分析步骤

7.4.1 工作曲线的绘制

量取氧化钴标准溶液（见 7.2.6）0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL，分别置于 5 只 50 mL 容量瓶中，依次加入 5 mL 焦磷酸钠溶液、20 mL 醋酸钠-磷酸二氢钠混合溶液、2 mL 亚硝基 R 盐溶液，每加一种试剂均需摇匀，放置 1 min。再加入 2 mL 硝酸，摇匀，放置 20 min。用水稀释至刻度，摇匀。

以不加氧化钴标准溶液的空白溶液为参比，用 1 cm 比色皿，于 530 nm 波长处测定标准溶液系列的吸光度。

以上述溶液中氧化钴的质量为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程式。

7.4.2 测定

量取一定量的试料溶液，使其相应的氧化钴质量为 25 μg ~100 μg 。置于 50 mL 容量瓶中，依次加入 5 mL 焦磷酸钠溶液、20 mL 醋酸钠-磷酸二氢钠混合溶液、2 mL 亚硝基 R 盐溶液，每加一种试剂均需摇匀，放置 1 min。再加入 2 mL 硝酸，摇匀，放置 20 min，用水稀释至刻度，摇匀。

以不加氧化钴标准溶液的空白溶液为参比，用 1 cm 比色皿，于 530 nm 波长处测定溶液的吸

光度。

从工作曲线上查出或通过回归方程式计算出被测溶液中氧化钴的质量。

7.5 结果计算

氧化钴质量分数 w_2 ，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m ——从工作曲线上查得或通过回归方程式计算出的氧化钴的质量的数值，单位为微克 (μg)；

m_0 ——分取试样的质量的数值，单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.02 %。

8 三氧化钼质量分数的测定

8.1 原理

在硫酸介质中，用抗坏血酸将 6 价钼还原为 5 价钼，5 价钼与硫氰酸盐生成橙红色的络合物，用分光光度计于 470 nm 波长处测定其吸光度，根据工作曲线或回归方程式计算出试液中三氧化钼的质量。

8.2 试剂

8.2.1 磷酸。

8.2.2 硫酸溶液：1+1。

8.2.3 硫酸铁铵溶液：5 g/L。

称取 5 g 硫酸铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ，溶解于约 600 mL 水中，加入 50 mL 磷酸和 100 mL 硫酸溶液，冷却，用水稀释至 1 000 mL。

8.2.4 硫氰酸铵溶液：100 g/L。

8.2.5 抗坏血酸溶液：100 g/L。

此溶液使用时现配。

8.2.6 三氧化钼 (MoO_3) 标准溶液：500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。按下列方法之一配制：

a) 称取 0.500 g 预先于 500 $^{\circ}\text{C}$ ~ 550 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒量的三氧化钼，置于 200 mL 烧杯中，加入 100 mL 硫酸溶液，在通风橱内加热溶解。取下烧杯，冷却，加入少量水溶解盐类，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

b) 称取 0.613 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

8.2.7 三氧化钼 (MoO_3) 标准溶液：50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 10.00 mL 三氧化钼标准溶液 (见 8.2.6)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

8.3 仪器

分光光度计：具有 470 nm 波长。

8.4 分析步骤

8.4.1 工作曲线的绘制

量取三氧化钼标准溶液 (见 8.2.7) 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL，分别

HG/T 5030—2016

置于 5 个预先加入 5 mL 硫酸铁铵溶液的 50 mL 容量瓶中, 加入 6 mL 硫酸溶液, 冷却至室温。再加入 10 mL 硫氰酸铵溶液、5 mL 抗坏血酸溶液, 每加一种试剂均需摇匀。最后用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 30 min。

以不加三氧化钨标准溶液的空白溶液为参比, 用 2 cm 吸收池, 于 470 nm 波长处用分光光度计测定标准溶液系列的吸光度。

以上述溶液中三氧化钨的质量为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标绘制工作曲线, 或根据所得吸光度值计算出线性回归方程式。

8.4.2 测定

量取一定量的试料溶液, 使其相应的三氧化钨质量为 $50\ \mu\text{g}\sim 200\ \mu\text{g}$ 。置于已预先加入 10 mL 硫酸铁铵溶液的 50 mL 容量瓶中, 加入 6 mL 硫酸溶液, 冷却至室温。再加入 10 mL 硫氰酸铵溶液、5 mL 抗坏血酸溶液, 每加一种试剂均需摇匀。最后用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 30 min。

以不加三氧化钨标准溶液的空白溶液为参比, 用 2 cm 吸收池, 于 470 nm 波长处用分光光度计测定溶液的吸光度。

从工作曲线上查出或通过回归方程式计算出被测溶液中三氧化钨的质量。

8.5 结果计算

三氧化钨质量分数 w_3 , 按公式 (3) 计算:

$$w_3 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m ——从工作曲线上查得或通过回归方程式计算出的三氧化钨的质量的数值, 单位为微克 (μg);

m_0 ——分取试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果的绝对差值应不大于 0.03 %。

9 氧化钙质量分数的测定

9.1 原理

在近中性条件下, 用六亚甲基四胺和氨水沉淀分离试料溶液中的铁、铝、钛等干扰元素。在溶液 pH 值为 13 条件下, 以酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 为指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液滴定溶液中的钙。溶液中残留的干扰离子用三乙醇胺和铜试剂隐蔽。

9.2 试剂

9.2.1 无水硫酸钠。

9.2.2 铜试剂。

9.2.3 氨水溶液: 1+1。

9.2.4 三乙醇胺溶液: 1+1。

9.2.5 六亚甲基四胺溶液: 200 g/L。

9.2.6 氢氧化钾溶液: 200 g/L。

9.2.7 氯化铵洗涤液: 在 10 g/L 氯化铵溶液中滴加氨水至 pH 值为 7。

9.2.8 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.02\ \text{mol/L}$ 。

9.2.9 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂。

称取 0.2 g 酸性铬蓝 K、0.34 g 萘酚绿 B, 与 100 g 硫酸钾混合研细, 贮存于磨口瓶中。

9.3 分析步骤

量取 25.00 mL 试料溶液，置于 250 mL 烧杯中，加水至 100 mL，加热至沸，不断搅拌下加入六亚甲基四胺溶液至溶液 pH 值为 5~6，再用氨水溶液调至 pH 值为 7~8。加入 0.2 g 无水硫酸钠，再次加热煮沸，趁热用中速滤纸过滤，用氯化铵洗涤液洗涤沉淀 10 次，滤液及洗液置于 400 mL 烧杯中，加水至 200 mL。

往上述溶液中加入 5 mL 三乙醇胺溶液、0.05 g 铜试剂，再滴加氢氧化钾溶液使溶液 pH 值为 13。加入 0.1 g 混合指示剂，用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为蓝色为终点。

操作过程中 pH 值均用广泛 pH 试纸测试。

9.4 结果计算

氧化钙质量分数 w_4 ，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

V ——乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——分取试样的质量的数值，单位为克（g）；

M ——氧化钙的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=56.08$ ）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.4 %。

10 氧化镁质量分数的测定

10.1 原理

用原子吸收分光光度计，使用空气-乙炔火焰，于 285.2 nm 波长处测定试料溶液中的镁，用工作曲线法或线性回归方程式定量。加入氯化锶消除共存元素干扰。

10.2 试剂

10.2.1 盐酸溶液：1+1。

10.2.2 氯化锶溶液：150 g/L。

10.2.3 氧化镁标准溶液：0.1 mg/mL。

10.2.4 氧化镁标准溶液：10 μ g/mL。

量取 10.00 mL 氧化镁标准溶液（见 10.2.3），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

10.3 仪器

原子吸收分光光度计：附有镁空心阴极灯。

10.4 分析步骤

10.4.1 标准曲线的绘制

取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入氧化镁标准溶液（见 10.2.4）0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL。在每个容量瓶中加入 2 mL 氯化锶溶液、4 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，

HG/T 5030—2016

摇匀。

按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入氧化镁标准溶液的空白溶液调零，于 285.2 nm 波长处测定溶液的吸光度。

以上述溶液中氧化镁的浓度（单位为微克每毫升）为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

10.4.2 测定

量取一定量的试料溶液，使其相应的氧化镁的质量为 10 μg~40 μg。置于 100 mL 容量瓶中，各加入 2 mL 氯化锶溶液、4 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入氧化镁标准溶液的空白溶液调零，于 285.2 nm 波长处测定溶液的吸光度。

从工作曲线上查出或用线性回归方程计算出被测溶液中氧化镁的浓度。

10.5 结果计算

氧化镁质量分数 w_5 ，按公式（5）计算：

$$w_5 = \frac{c \times 100 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

c ——从工作曲线上查得或通过回归方程式计算出的氧化镁的浓度的数值，单位为微克每毫升（μg/mL）；

m_0 ——分取试样的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05 %。

11 氯离子质量分数的测定

11.1 原理

用沸水浸取法制备样品溶液，采用离子色谱法进行检测，用工作曲线法或线性回归方程式定量。

11.2 试剂

11.2.1 碳酸钠。

11.2.2 碳酸氢钠。

11.2.3 氯离子标准溶液：0.1 mg/mL。

11.2.4 氯离子标准溶液：10 μg/mL。

量取氯离子标准溶液（见 11.2.3）10.00 mL，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

11.3 仪器

11.3.1 离子色谱仪

配有电导检测器。该仪器对本标准所规定的最低测定浓度的杂质所产生的峰高应至少大于噪声的 2 倍。

11.3.2 进样器

2 mL，最小分刻度为 0.1 mL。

11.3.3 记录仪

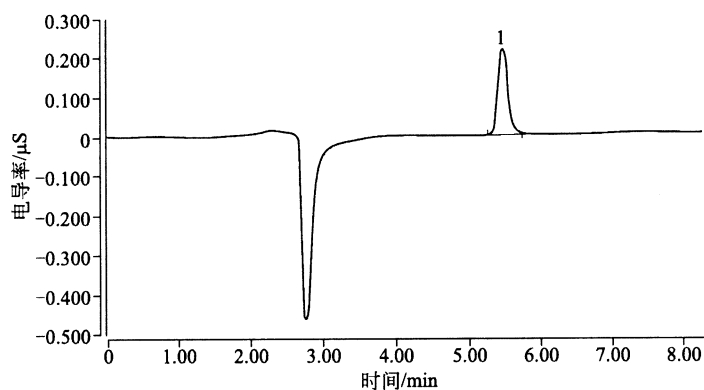
色谱数据工作站。

11.3.4 色谱柱及典型色谱操作条件

推荐的离子色谱柱和典型色谱操作条件见表 1，典型的离子色谱柱的氯离子色谱图见图 2。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

表 1 推荐的离子色谱柱和典型色谱操作条件

| | |
|-------|--|
| 色谱柱 | 聚苯乙烯/二乙烯基苯共聚物高度交联色谱柱 |
| 柱长 | 250 mm |
| 柱内径 | 4 mm |
| 量程 | 2 |
| 淋洗液 | (4.5 mmol/L 碳酸钠溶液)/(1.4 mmol/L 碳酸氢钠溶液) |
| 淋洗液流量 | 1.0 mL/min |
| 进样量 | 20 μ L |



说明：

1——氯离子的色谱峰（保留时间 5.47 min）。

图 2 典型氯离子色谱图

11.4 分析步骤

11.4.1 标准曲线的绘制

量取氯离子标准溶液（见 11.2.4）2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，相当于含氯 20 μ g、40 μ g、60 μ g、80 μ g、100 μ g。分别置于 5 个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

仪器启动后进行必要的调节，以达到表 1 所列的条件或满足同等分离度的其他适宜条件。

用注射器将标准溶液注入色谱仪中，测定氯离子的峰面积。

以上述标准溶液中已知氯的质量（单位为 g）为横坐标、各个标准样中对应峰的峰面积为纵坐标绘制工作曲线，或根据所得峰面积数值计算出线性回归方程式。

11.4.2 测定

11.4.2.1 样品中氯的浸渍

称取 0.5 g 试样（见 4.2），精确至 0.000 1 g。置于瓷坩埚中，放入 500 ℃ 马弗炉中，灼烧 1 h。取出，稍冷，用少量热水将样品转移至 150 mL 烧杯中，用水约 70 mL。盖上表面皿，在可调电炉上加热至微沸，保持 30 min。用不含氯化物的滤纸（用煮沸 5 min 的纯水以倾泻法洗涤滤纸 10 遍）以倾泻法将浸取液滤入 100 mL 容量瓶中，用热水将烧杯中的沉淀转移到滤纸上，再用适量热水充分洗涤。待滤液冷却至室温后，稀释至刻度，摇匀。

11.4.2.2 样品测定

用注射器量取试样溶液（见 11.4.2.1），置换定量管 2 次～3 次，然后将阀旋到进样位，开始采集信号，测定氯离子的峰面积。

从工作曲线上查出或通过回归方程式计算出被测溶液中氯离子的质量。

11.5 结果计算

氯离子质量分数 w_6 ，按公式（6）计算：

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m ——从工作曲线上查得或通过回归方程式计算出的氯离子的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

m_0 ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.002 %。

12 水分质量分数的测定

12.1 原理

将试样置于鼓风干燥箱内，在一定温度下干燥，干燥前、后试样质量之差即为催化剂中的水分的质量。

12.2 仪器

12.2.1 恒温干燥箱：可控制温度在 $80\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

12.2.2 称量瓶：70 mm×35 mm。

12.3 分析步骤

称取 1.5 g～2 g 试样（见 4.2），精确至 0.000 1 g。置于预先在 80 ℃ 恒量的称量瓶中，将称量瓶盖斜置于称量瓶上，放入鼓风干燥箱内，在 80 ℃ 干燥 4 h。取出，放入干燥器中，冷却至室温，称量，精确至 0.000 1 g。

12.4 结果计算

水分质量分数 w_7 ，按公式（7）计算：

$$w_7 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (7)$$

(26)

式中：

m_1 ——干燥前称量瓶和试样的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——干燥后称量瓶和试样的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.2 %。
