

(3002) 熾灼殘渣檢查法

熾灼殘渣檢查法是用來測量當檢品按照下述之步驟，於硫酸存在下，被熾灼時未揮發殘留物質之量。此試驗通常用於測定有機物質中無機雜質之含量。

1. 步驟

取適當坩堝（例如：矽石、白金、石英或瓷器）於 $600\pm 50^{\circ}$ 熾灼 30 分鐘後，置乾燥器（矽膠或其他適當之乾燥劑）中，冷卻，精確稱定。

取檢品 1~2 g 或取個論所規定之檢品量，置前述之坩堝中，再次精確稱定。將檢品以少量硫酸（通常為 1 mL）潤濕並以適當溫度緩緩加熱至充分碳化，放冷。除個論另有規定外，以少量硫酸（通常為 1 mL）潤濕殘渣，緩緩加熱直至白煙不再產生，於 $600\pm 50^{\circ}$ （除個論另有規定溫度外）熾灼至殘渣完全灰化，碳分完全消失為止。須確保過程中任何時候都沒有火焰產生。將坩堝移置乾燥器中（矽膠或其他適當之乾燥劑），放冷，精確稱定，並計算殘渣之百分比。除個論另有規定外，若殘渣量超出個論之規定時，可再加硫酸 1 mL 濕潤，按前述方法再次加熱及熾灼 30 分鐘。直到殘渣於兩次連續秤重之差異值不超過 0.5 mg 或殘渣之含量百分比符合個論之規定。

於通風良好且可以保護氣流之抽氣櫃中進行熾灼，並儘可能於低溫下使碳完全燃燒。若有需要可以使用高溫爐，並建議其最終熾灼溫度可達 $600\pm 50^{\circ}$ 。

高溫爐之校準可以使用適當之數字溫度計及熱電偶探針進行，該探針可追溯至國家標準與技術研究所之校準。

驗證高溫爐之測量與控制電路之精確度，可藉由檢查高溫爐中可能被使用之管制設定點位置之溫度，選擇位置是在反應有關檢品在試驗時位置之最終方法。每個位置測量之容許範圍為 $\pm 25^{\circ}$ 。

