

0841 炽灼残渣检查法

炽灼残渣检查法用于检查供试品经硫酸消解后不易挥发的无机杂质残留量。

本法分为第一法和第二法。制订或修订炽灼残渣检查项，应根据质量研究数据，结合供试品特性和限度控制要求，并在品种项下注明选择第一法或第二法。品种项下未注明的，采用第一法。

第一法 取供试品 1.0~2.0g 或各品种项下规定的重量，置已炽灼至恒重的坩埚中，精密称定，缓缓炽灼至完全炭化，放冷；除另有规定外，加硫酸 0.5~1ml 使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在 700~800℃ 炽灼使完全灰化，移置装有硅胶或其他合格干燥剂的干燥器内，放冷，精密称定后，再在 700~800℃ 炽灼至恒重，计算残渣所占百分比，即得。

供试品分子结构中含有碱金属或氟元素，应使用铂坩埚。

如需将残渣留作重金属检查，则炽灼温度必须控制在 500~600℃。

第二法 取二氧化硅、铂、石英或陶瓷等适宜材质的坩埚，在 600℃±50℃ 下炽灼 30 分钟，移置装有硅胶或其他合适干燥剂的干燥器中，放冷，精密称定。取供试品 1~2g 或各品种项下规定的量，置已炽灼并放冷的坩埚中，精密称定，用少量硫酸（通常 1ml）润湿样品，在尽量低的温度下慢慢加热，直至样品完全炭化，放冷。再用少量硫酸（通常 1ml）润湿，缓慢加热至不再有白烟生成。在 600℃±50℃ 炽灼，至样品完全灰化。注意在整个过程中确保没有火焰生成。移置装有硅胶或其他合适干燥剂的干燥器中，放冷，精密称定，计算残渣所占百分比。如果计算结果超过限度，可重复以上硫酸润湿等步骤，炽灼 30 分钟，直至连续两次炽灼后残渣量的差异小于 0.5mg 或者算得的残渣百分比在限度内。