微波干燥法快速测定湖盐的水不溶物

王力学，温怀轲，张冬云
(青海省盐业股份有限公司，青海 西宁 810003)

摘 要：简述了盐业生产过程中水不溶物检测方法对实现工业盐生产质量过程控制的影响，提出微波加热快速测定工业盐产品中的水不溶物的方法，通过实验证明，该方法简便迅速，具有很强的实用性。

关键词：微波加热法；水不溶物测定
中图分类号：TS312 **文献标识码**：A **文章编号**：1008－858X(2006)03－0049－03

0 概 述

水不溶物是影响湖盐、工业盐产品质量的重要因素，快速测定生产过程中湖盐水不溶物的方法一直是盐业生产企业研究的重要课题之一。长期以来我国制盐企业一直采用GB/T 13025.4－1991《制盐工业通用实验方法水不溶物的测定》方法测定湖盐、工业盐产品中的水不溶物，此法费时长，无法用于生产过程的质量控制。通过大量文献检索，尚未发现一种适于湖盐生产过程水不溶物快速测定的检验方法，以满足对湖盐生产质量的生产监控要求。在实际生产中人们常常靠经验判断湖盐产品中水不溶物的含量，来指挥生产，存在极大的盲目性和不确定性。因而快速测定湖盐生产中水不溶物的测试方法，是实现湖盐生产质量过程控制的关键[1]。江苏省盐业质检站关于微波测定盐产品中水分的研究，给我们带来了启发，相应开展了微波干燥法快速测定[2]工业盐产品水不溶物的应用研究，以便于实现生产过程对湖盐质量的快速控制。

1 实 验

1.1 实验设计

选取一组(9份)水不溶物含量不同的盐产品，作为测定水不溶物的实验对象，首先按GB/T 13025.4－1991《制盐工业通用实验方法水不溶物的测定》方法测定其水不溶物含量，以其检测结果为基准，用微波法与其进行对比，以确定微波法加热恒重时间及微波法检测数据的可靠性。

1.2 实验设备

格兰仕微波/光波炉，WD800型；恒温干燥箱，202－1型；电子天平，MD－200型，精度±0.001 g；电子天平，FA－1004型，精度±0.0001 g；玻璃砂芯坩埚，G3型；粉碎机，FW100型。

1.3 实验过程

取9份(一组)水不溶物含量不同的工业盐样品作为本研究的试验样品，破碎至2 mm以下混合均匀，进行编号试验备用。

取9只处理好的G3型玻璃砂芯坩埚编号，放入微波炉中，火力调至中高火，调节加热时间，记录其重量随时间的变化情况，确定玻璃坩埚恒重时间。

收稿日期：2006－04－14；**修回日期**：2006－07－26
作者简介：王力学(1960－)，男，副总经理，工程师，从事湖盐生产、质量管理工作。

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

表1 微波加热法空坩埚恒重时间确定

Table 1 Determination of the time for the crucibles to reach constant weight in microwave drying

时间/min	空坩埚恒重值/g								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
12	18.422	19.034	19.736	18.424	16.680	18.412	18.422	19.746	17.622
14	18.391	18.976	19.696	18.409	16.674	18.375	18.377	19.713	17.580
16	18.394	18.978	19.692	18.411	16.676	18.376	18.376	19.740	17.579
18	18.392	18.975	19.694	18.408	16.676	18.374	18.371	19.708	17.582
20	—	18.977	—	18.408	16.675	18.375	18.380	19.710	17.577
恒重时间确定/min	14	16	14	14	12	14	16	18	14

表1数据表明，微波加热14 min空坩埚已恒重，为保证空坩埚恒重的稳定性，确定空坩埚微波恒重时间以16 min为宜。实验表明坩埚砂芯材质及均匀度对恒重时间有直接影响。

称取已制备好的样品各10g，按GB/T 13025.4—1991《制盐工业通用实验方法水不溶物的测定》方法，测定其水不溶物的含量(烘箱干燥法)，测定结果列于表2。

表2 烘箱干燥法样品水不溶物的测定结果

Table 2 Results of the insoluble substances by the oven drying method

内　　容	水不溶物/g								
编　号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
溶解过程有无不溶性晶体存在	无	有	无	无	无	有	无	有	有
平行双样平均值	0.54	0.74	0.44	0.63	0.43	0.82	0.42	0.75	0.62

根据GB/T 13025.4—1991《制盐工业通用实验方法水不溶物的测定》的称样要求，分别称取已制备好的样品各10 g置于400 mL烧杯中，按GB/T 13025.4—1991《制盐工业通用实验方法水不溶物的测定》方法进行溶解、抽滤、洗涤后，操作完成后试样坩埚置于微波炉中进行加热干燥，调节微波加热时间分别为16 min、18 min、20 min、22 min、24 min，记录坩埚重量随加热时间的恒重情况，注意在样品溶解过程中有无不溶性晶体存在。

表3 微波加热干燥法样品水不溶物测定结果

Table 3 Results of the insoluble substances by the microwave drying method

时间/min	1	2	3	4	5	6	7	8	9
溶解过程有无不溶性晶体存在	无	有	无	无	无	无	无	有	有
16	0.62	0.80	0.48	0.36	0.46	0.50	0.44	0.79	0.71
18	0.58	0.76	0.45	0.32	0.45	0.47	0.45	0.75	0.66
20	0.59	0.75	0.46	0.33	0.45	0.45	0.46	0.72	0.66
22	0.58	0.75	0.45	0.31	0.46	0.44	0.44	0.73	0.65
24	—	0.74	0.45	0.32	0.45	0.46	0.45	0.72	0.66
微波法恒重时间/min	18	20	18	18	16	20	18	22	18

由上表可以看出，微波加热时间与样品水不溶物含量高低成不太规则的正比关系，从18 min起坩埚重量已恒定，对水不溶物在0.4%～1%间的盐产品，确定微波恒重时间20 min为宜。

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnk

1.4　实验结果比较

将表 2 烘箱法测定结果与表 3 微波法测定结果进行比较，比较结果列于表 4。

两种测定方法样品加热恒重时间对比。烘箱法测定水不溶物样品加热恒重时间共用 200～240 min，而采用微波加热恒重法测定水不溶物，只需 40～50 min（包括冷却时间），由此可见微波加热恒重法测定盐样品中的水不溶物比烘箱法节约时间 160 min，完全满足公司工业盐生产对水不溶物测定时间的中控要求。

表 4　烘箱法与微波法测定湖盐样品中水不溶物的试验结果对比

Table 4　Comparison of the results of the insoluble substances determined by the oven drying method and the microwave drying method

编号		1	2	3	4	5	6	7	8	9
烘箱法	溶解中有无不溶性晶体存在	无	有	无	无	无	有	无	有	有
	测定值	0.54	0.74	0.44	0.63	0.43	0.82	0.42	0.75	0.62
微波法	溶解中有无不溶性晶体存在	无	有	无	无	无	无	无	有	有
	测定值	0.58	0.75	0.46	0.32	0.46	0.45	0.45	0.73	0.66
	差值	0.04	0.01	0.02	离异	0.03	离异	0.03	－0.02	0.04

试验结果对比，两种方法的结果很接近，测定结果基本满足 GB/T 13025.4－1991《制盐工业通用实验方法水不溶物的测定》中对水不溶物测定误差的规定。

2　结　论

采用微波炉加热恒重法测定湖盐、工业盐样品中的水不溶物，时间短，过程快，测定结果基本满足 CB/T 13025.4－1991《制盐工业通用实验方法水不溶物的测定》中对湖盐、工业盐水不溶物测定误差的规定，方法简便可行，在实际工作中具有很强的实用性。在生产过程中，选择不同设备的合理组合，确定最佳的工艺，有效降低不同性质的水不溶物含量，实现质量过程控制。

参考文献：

[1]　李晓春，曾瑶．质量管理学［M］．北京邮电大学出版社，2002.5.

[2]　刘永旺，陈军．微波加热法测定盐产品中水分［J］．苏盐科技，2004，1.

Determination of Insoluble Substances in Salts Produced from Salt Lakes by the Microwave Drying Method

WANG Li-xue，WEN Huai-ke，ZHANG Dong-yun

（*Qinghai Salt Co. Ltd*，*Xining* 810003，*China*）

Abstract：The determination of insoluble substances in salts is very important for quality control in the process of producing salts from salt lakes. The conventional method of oven drying proves to be time-consuming. The method of microwave drying has been studied and compared with oven drying in the present work. The experimental results clearly show that the microwave method is quick，simple，and hence practical for the determination of insoluble substance.

Key words：Microwave drying method；Determination of insoluble substances

(C)1994-2022 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnk