

ICS 71.080.20
G 15



中华人民共和国国家标准

GB/T 7376—2008

代替 GB/T 7376—1987、GB/T 7374—1987、GB/T 10670—1989

GB/T 7376—2008

工业用氟代烷烃中微量水分的测定

Determination of micro - amounts of water
in industrial fluorinated alkane

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工业用氟代烷烃中微量水分的测定
GB/T 7376—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字

2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

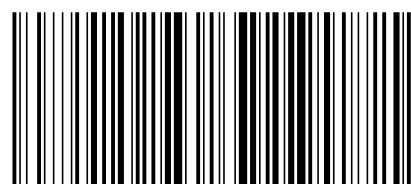
*

书号: 155066·1-31870 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 7376—2008

2008-04-10 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

5.4.4 结果计算

试样中水的质量分数 w_3 , 数值以 % 表示, 按式(4)计算:

$$w_2 = (B - A) \cdot K \times 10^{-4} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- A——仪器本底的数值;
- B——试样的测定数值;
- K——换算系数, 按下式计算。

$$K = \frac{\text{水的摩尔质量}}{\text{被测氟代烷烃的摩尔质量}}$$

6 允许误差

- 6.1 取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。
- 6.2 两次平行测定结果的绝对差值见表 1。

表 1 测定结果的绝对差值

水的质量分数/%	两次平行测定结果的绝对差值/%
≤0.000 5	≤0.000 2
>0.000 5~0.002	≤0.000 3
>0.002~0.005	≤0.000 5

前 言

本标准代替 GB/T 7376—1987《工业用氟代甲烷类中微量水分的测定 卡尔·费休法》、GB/T 7374—1987《工业用氟代甲烷类中微量水分的测定 重量法》、GB/T 10670—1989《工业用氟代甲烷类中微量水分的测定 电解法》。

本标准与 GB/T 7376—1987 相比主要变化如下:

- 本标准是对 GB/T 7376—1987、GB/T 7374—1987、GB/T 10670—1989 三个标准的整合修订, 合并到 GB/T 7376 标准中;
- 本标准的名称由《工业用氟代甲烷类中微量水分的测定 卡尔·费休法》改为《工业用氟代烷烃中微量水分的测定》;
- 对“范围”一章做了相应修改(1987 年版的第 1 章, 本版的第 4 章);
- 增加了卡尔·费休法——库仑电量法(见 5.3);
- 增加了电解法(见 5.4)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

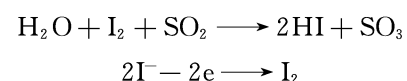
本标准起草单位: 鹰鹏化工有限公司。

本标准参加起草单位: 浙江莹光化工有限公司。

本标准主要起草人: 颜瑞康、扬星堂、胡德钧、谢讯友、王鸿莺、吴益民。

本标准所代替标准的版本发布情况为:

- GB/T 7376—1987;
- GB/T 7374—1987;
- GB/T 10670—1989。



参加反应的碘的分子数等于水的分子数,而电解生成的碘与所消耗的电量成正比,依据法拉第定律,在仪器上直接读出被测试样中的水含量。

5.3.2 仪器

5.3.2.1 库仑电量水分测定仪:检测灵敏度 0.1 μg 水。或其他能满足分析要求的微量水分测定仪也可使用。

5.3.2.2 取样钢瓶:同 5.2.2.1。

5.3.2.3 天平:最大称量不小于 3 000 g,分度值 0.01 g。

5.3.2.4 玻璃注射器:不小于 5 mL。

5.3.2.5 进样针头:同 5.2.2.4。

5.3.3 试剂

与库仑电量水分测定仪配套的电解液(市售试剂)。

5.3.4 分析步骤

加入电解液,调节库仑电量水分测定仪,使滴定池内达到无水状态。

将进样针头用不锈钢(或适宜材质)的大小接头与盛有试样的取样钢瓶出口阀连接,称量这个带有进样针头的取样钢瓶质量,精确至 0.01 g。将进样针头迅速插入库仑电量水分测定仪电解池的底部,打开取样钢瓶出口阀使液体试样流出,控制进样速度为(1~2)g/min,进样量约为 10 g,或根据含水量适当调整进样量。进样后再次称量带有进样针头的取样钢瓶质量,精确至 0.01 g。对沸点高的产品(如 HCFC_{141b}),可采用玻璃注射器进样。进样结束后,进行电量滴定,在库仑电量水分测定仪显示屏上直接读取水的质量。

5.3.5 结果计算

试样中水的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m}{m_1 - m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m ——试料中水的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——进样前取样钢瓶和试料的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——进样后取样钢瓶和试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.4 电解法

5.4.1 方法原理

被测试样以气体导入电解池,其水分被池内吸湿剂五氧化二磷薄膜吸收,同时被定量电解。

吸收反应: $\text{P}_2\text{O}_5 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow 2\text{HPO}_3$ 、

电解反应: $2\text{HPO}_3 \xrightarrow[\text{直流电}]{\text{铂丝}} \frac{1}{2}\text{O}_2 \uparrow + \text{H}_2 \uparrow + \text{P}_2\text{O}_5$ 、

在 25℃、101.3 kPa,气体试样流速 100 mL/min 连续通过的情况下,试样中水分的质量分数为 0.000 1%,电流为 13.4 μA 。从仪器上可以直接读取被测试样中的水分。

5.4.2 仪器

微量水分测定仪,装置示意图见图 4。

工业用氟代烷烃中微量水分的测定

1 范围

本标准规定了工业用氟代烷烃中微量水分测定的试验方法:卡尔·费休法——容量法、卡尔·费休法——库仑电量和电解法。电解法不适用于沸点相对较高的氟代烷烃。

本标准适用于工业用氟代烷烃中微量水分的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6283—1986 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 一般规定

3.1 除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。

3.2 试验中所用的微量水分测定装置应保证密封。各通气孔均应连接干燥管,干燥剂应及时更换。

3.3 试验中所用的取样钢瓶、采样导管及注射针等仪器应干燥,避免测定误差。

3.4 试验方法中需要搅拌时,搅拌速度应保持一致;终点判断保持一致;避免引起较大的测定误差。

4 采样和样品的预处理

根据相应的产品标准规定进行。

5 试验方法

5.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.2 卡尔·费休法——容量法

5.2.1 方法提要

试样中的水分与卡尔·费休试剂定量反应。卡尔·费休试剂预先用水准确标定其滴定度,以“死停点”判断终点。根据滴定时消耗卡尔·费休试剂的毫升数和它的滴定度,计算试样中水的含量。

反应式: $\text{H}_2\text{O} + \text{I}_2 + \text{SO}_2 + 3\text{C}_5\text{H}_5\text{N} + \text{CH}_3\text{OH} = 2\text{C}_5\text{H}_5\text{N} \cdot \text{HI} + \text{C}_5\text{H}_5\text{NH} \cdot \text{SO}_4\text{CH}_3$ (浅棕黄色)

5.2.2 仪器

5.2.2.1 取样钢瓶:双阀型不锈钢小钢瓶,容积不小于 150 mL,工作压力大于 3.0 MPa,示意图见图 1。

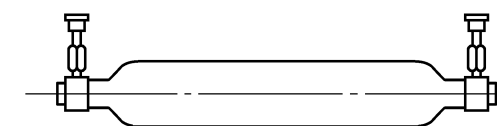


图 1 取样钢瓶示意图