

以 50 mL 标准溶液中所含的石蜡油毫克数为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

每次测定均应绘制新的标准曲线。

7.3.2.3 试液的测定

按 7.3.2.2 中标准溶液测定部分同样操作,对 7.3.2.1 中的试液进行吸光度测定。

7.3.2.4 分析结果的表述

油含量  $w_2$ ,以 105 °C 下的非挥发油的质量分数计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_3}{m_0 \times 1\ 000} \times 100\% = \frac{m_3}{m_0 \times 10} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$m_3$ ——从标准曲线上查出试液吸光度对应的油的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——试料质量[为收集于试管中的液氨毫升数乘以 0.68(0.68 g/mL 为液氨的密度)和两个锥形瓶及所附自连接点 5 处起的连接管的质量增量之和]的数值,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后五位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

7.3.2.5 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于 100%。

GB/T 8570.6—2010



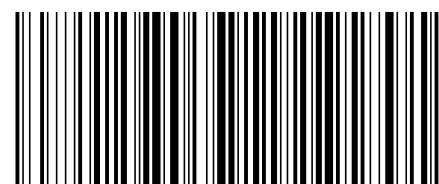
# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8570.6—2010  
代替 GB/T 8570.6—1988

## 液体无水氨的测定方法 第 6 部分:油含量 重量法和红外吸收光谱法

Determination of liquefied anhydrous ammonia—  
Part 6: Oil content—Gravimetric and infra-red methods

(ISO 7106:1985 Liquefied anhydrous ammonia for industrial use—  
Determination of oil content—Gravimetric and  
infra-red spectrometric methods, MOD)



GB/T 8570.6—2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-40610

定价: 14.00 元

2010-09-26 发布

2011-03-01 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

加 10 mL 四氯化碳,搅拌,转移入分液漏斗中,再用四氯化碳(每次用量 10 mL)洗涤试管 2~3 次,将洗涤液一并收集于分液漏斗中。

剧烈摇动分液漏斗后,待有机物沉降,经干燥滤纸慢慢过滤,收集滤液于已知质量的铂蒸发皿中。

再加 10 mL 四氯化碳于分液漏斗中,在剧烈摇动和有机物沉降后,继续用原滤纸过滤,一并将滤液收集于铂蒸发皿中。

用 10 mL 四氯化碳洗涤滤纸,合并洗涤液于收集的滤液中。

7.3 测定

7.3.1 重量法

7.3.1.1 溶剂的除去和油的称量

在良好的通风橱中,于沸水浴上蒸发铂蒸发皿中的四氯化碳,然后将其移入 105 °C ± 2 °C 的恒温干燥箱中,加热 15 min~20 min。

将铂蒸发皿移入含活性硅胶的干燥器中,冷却、称量,称准至 0.000 2 g。

7.3.1.2 分析结果的表述

油含量  $w_1$ ,以 105 °C 下的非挥发油的质量分数计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_2$ ——铂蒸发皿和油的质量的数值,单位为克(g);

$m_1$ ——铂蒸发皿质量的数值,单位为克(g);

$m_0$ ——试料质量[为收集于试管中的液氮毫升数乘以 0.68(0.68 g/mL 为液氮的密度)和两个锥形瓶及所附自连接点 5 处起的连接管的质量增量之和]的数值,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后五位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

7.3.1.3 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于 100%。

7.3.2 红外吸收光谱法

7.3.2.1 试液的制备

从干燥器中取出按 7.3.1.1 操作所得的含油铂蒸发皿,加 10 mL 四氯化碳,待油溶解后,转移入 50 mL 容量瓶中,再用四氯化碳洗涤两到三次,用四氯化碳稀释至刻度,摇匀。

7.3.2.2 标准曲线的绘制

按表 1 给定的用量,在一系列 50 mL 容量瓶中,分别加入给定体积的石蜡油标准溶液,再用四氯化碳稀释至刻度,摇匀。

表 1 标准溶液体积和对应的石蜡油质量

石蜡油标准溶液体积/mL	石蜡油的质量/mg
0.50	0.25
1.00	0.50
2.00	1.00
3.00	1.50
4.00	2.00
5.00	2.50

将红外分光光度计的分析波长调节至 3.42  $\mu\text{m}$  处,以四氯化碳为背景调节吸光度为零,分别测定各标准溶液的吸光度。

中华人民共和国  
国家标准  
液体无水氨的测定方法  
第 6 部分:油含量  
重量法和红外吸收光谱法  
GB/T 8570.6—2010

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 0.5 字数 9 千字  
2010 年 11 月第一版 2010 年 11 月第一次印刷

书号:155066·1-40610 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

- 4.5 甲基红指示液, 1 g/L;  
 4.6 冷冻剂: 固体二氧化碳(干冰)和工业酒精混和物, 致冷温度 $-35\text{ }^{\circ}\text{C}\sim-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。  
 4.7 硅脂: 润滑玻璃活塞用。

## 5 仪器

- 5.1 一般实验室用仪器;  
 5.2 试样取样装置

以总体积约 550 mL、400 mL 处刻有标线的玻璃试管代替总体积约 150 mL、100 mL 处刻有标线的玻璃试管, 见图 1。按 GB/T 8570.3—2010 中 5.2 规定及其附图装配仪器;

单位为毫米

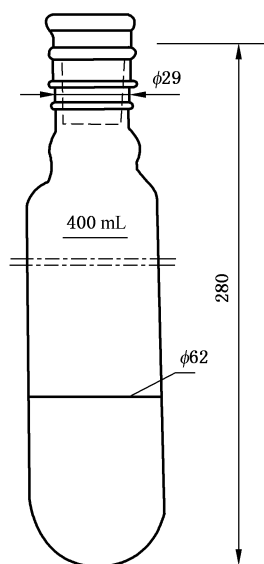


图 1 带塞试管图

- 5.3 电热恒温干燥箱, 温度可以控制在 $(105\pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;  
 5.4 铂蒸发皿, 容积约 70 mL;  
 5.5 红外分光光度计, 配有厚度 1 cm 的密封石英池。

## 6 取样

按 GB/T 8570.1 规定采取实验室样品。

## 7 分析步骤

做两份试料的平行测定。

### 7.1 试样的采取

按 GB/T 8570.3—2010 中 7.1 于试管(5.2)中采取 400 mL 试样。

### 7.2 油的分离

于 $(105\pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中, 将铂蒸发皿加热 1 h, 然后移入干燥器中冷却至室温后称量, 精确至 0.000 2 g。

从杜瓦瓶中取出含试样的试管, 让氨在室温下经 2 端慢慢蒸发, 直至试管底部为由氨水、油和其他在室温下不挥发物组成的蒸发残留物为止。

于试管中加少量水和一滴甲基红指示液后, 滴加盐酸溶液至蒸发残留物水溶液呈酸性。

注: 在用于红外光谱法测定时, 改用外指示剂法检验。

## 前 言

GB/T 8570《液体无水氨的测定方法》分为七个部分:

- 第 1 部分: 实验室样品的采取;
- 第 2 部分: 氨含量;
- 第 3 部分: 残留物含量 重量法;
- 第 4 部分: 残留物含量 容量法;
- 第 5 部分: 水分 卡尔·费休法;
- 第 6 部分: 油含量 重量法和红外吸收光谱法;
- 第 7 部分: 铁含量 邻菲罗啉分光光度法。

本部分是 GB/T 8570 的第 6 部分。

本部分代替 GB/T 8570.6—1988《液体无水氨 油含量的测定 重量法和红外光谱法》。

本部分修改采用 ISO 7106:1985《工业用液体无水氨 油含量的测定 重量法和红外光谱法》。

本部分与 ISO 7106:1985 的主要差异是: ISO 7106 采取试样 200 mL, 本部分根据液体无水氨优等品油含量 $\leq 5\text{ mg/kg}$  的要求, 修改为 400 mL; 所用硫酸吸收溶液浓度对应增加 1 倍, 为 20%。

本版与前版的主要差异是:

- 试剂溶液、标准滴定溶液等的配制和标定方法执行 HG/T 2843 标准;
- 增加了安全警示的内容;
- 按新要求规范了标准的格式。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本部分起草单位: 国家化肥质量监督检验中心(上海)、东方航空股份有限公司安全保障部。

本部分主要起草人: 季敏、武娟、冯卓、陈洁。

本部分于 1988 年首次发布。