

中华人民共和国国家标准

GB/T 8570.5—2010
代替 GB/T 8570.5—1988

GB/T 8570.5—2010

液体无水氨的测定方法 第5部分:水分 卡尔·费休法

Determination of liquefied anhydrous ammonia—
Part 5: Water content—Karl Fischer method

(ISO 7105:1985 Liquefied anhydrous ammonia for industrial use—
Determination of water content—Karl Fischer method, MOD)

中华人民共和国
国家标准
液体无水氨的测定方法
第5部分:水分 卡尔·费休法
GB/T 8570.5—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 7 千字
2010年11月第一版 2010年11月第一次印刷

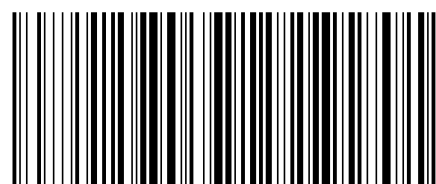
*

书号:155066·1-40609 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 8570.5—2010

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

- 4.6 甲醇-乙酸溶液:100 mL 冰乙酸和 900 mL 甲醇的混合;
- 4.7 5A 分子筛:直径 3 mm~5 mm 颗粒,用作干燥剂。使用前于 500 °C 下焙烧 2 h,并在内装新鲜分子筛的干燥器中冷却。使用过的分子筛可用水洗涤、烘干、焙烧、再生后备用;
- 4.8 冷冻剂,固体二氧化碳(干冰)和工业酒精的混合物,致冷温度— 35 °C~— 40 °C;
- 4.9 活性硅胶;
- 4.10 硅脂。

5 仪器

- 5.1 通常实验室用仪器;
- 5.2 试样取样装置,见 GB/T 8570.3—2010 中 5.2;
- 5.3 卡尔·费休直接电量滴定仪器,按 GB/T 6283 配备,或与之性能相当的卡尔·费休仪器。

6 采样

按 GB/T 8570.1 规定进行。

7 分析步骤

做两份试料的平行测定。

当水分大于 0.1% 时,按 GB/T 8570.3 测得的残留物含量估算,以适量无水甲醇稀释蒸发残留物,然后取一定量的稀释溶液进行测定。

7.1 试样

按 GB/T 8570.3—2010 中 7.1 采取试样,在试管插入杜瓦瓶中后,加入 2.0 mL 乙二醇。

7.2 卡尔·费休试剂的标定

按 GB/T 6283 规定步骤,用水或二水合酒石酸钠来标定卡尔·费休试剂的水的滴定度 T 。

7.3 测定

从杜瓦瓶中取出含试料的试管,让氨在室温下经 2 端慢慢蒸发,直到试管底部为由氨水、乙二醇等室温下不挥发物所组成的蒸发残留物为止。

通过卡尔·费休直接电量滴定仪的排泄嘴将滴定容器中残液放完,用注射器经瓶塞注入 50 mL 甲醇于滴定容器中,甲醇量应足以淹没电极,接通电源,打开电磁搅拌器,与标定卡尔·费休试剂相同的方法,用卡尔·费休试剂滴定至电流计产生与标定时同样的偏斜,并保持稳定 1 min。

打开试管,加入 10.0 mL 甲醇-乙酸溶液,使其沿管壁流下。小心摇匀后迅速转移入滴定容器中,再用 10.0 mL 甲醇-乙酸溶液数份洗涤试管,至最大用量为 50.0 mL,迅速将洗涤液一并全部转移到滴定容器中。

使用与标定同样的操作步骤,用卡尔·费休试剂滴定至终点,记录所消耗的卡尔·费休试剂的体积。

7.4 空白试验

按测定同样的方法,使用相同的试剂,但不含试料进行空白试验。

8 分析结果的表述

水分 w_1 ,以水(H₂O)的质量分数计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2) T}{m \times 10} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——滴定所消耗的卡尔·费休试剂的体积的数值,单位为毫升(mL);

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 5 部分。

本部分代替 GB/T 8570.5—1988《液体无水氨 水分的测定 卡尔·费休法》。

本部分修改采用 ISO 7105:1985《工业用液体无水氨 水分测定 卡尔·费休法》。

本部分与 ISO 7105:1985 的主要差异是:将 ISO 7105:1985 中引用的 ISO 760 水分的测定 卡尔·费休法(通用法)的内容直接写到标准中。

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、冯卓、武娟、陈洁。

本部分于 1988 年首次发布。