

GB 10513—89

1 主题内容与适用范围

本标准规定用卡尔·费休直接电量测定方法测定硝酸磷肥中游离水含量。

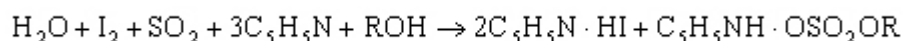
本标准适用于各种流程生产的硝酸磷肥中游离水含量的测定,可作为仲裁分析方法。

2 引用标准

GB 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)。

3 原理

存在于试样中的水分(游离水)经二氧六环或无水乙醇萃取后,利用水和卡尔·费休试剂(碘、吡啶、二氧化硫和甲醇组成的溶液)进行定量反应:



直接电量法测定萃取液中水分。

4 试剂和溶液

分析中,除非另有说明,限用分析纯试剂、蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 5A分子筛:直径3~5mm颗粒,作干燥剂用。使用前,于500℃下焙烧2h,并在内装分子筛的干燥器中冷却至室温。使用过的分子筛可用水洗涤、烘干、焙烧再生后重复使用。

4.2 活性硅胶:作填充干燥剂。

4.3 甲醇(GB 683): $\text{H}_2\text{O} < 0.05\%$ (m/m),如试剂含水量超过,可于500mL甲醇中加入5A分子筛约50g,盖上瓶盖,放置过夜,吸取上层清液使用。

4.4 碘(GB 675)。

4.5 吡啶(GB 689): $\text{H}_2\text{O} < 0.05\%$ (m/m),如试剂含水量超过,处理方法同4.3。

4.6 硫酸(GB 625)。

4.7 无水亚硫酸钠(HG 3—1078)。

4.8 二水酒石酸钠(HG 3—1101)。

4.9 1,4-二氧六环(HG 3—1529):需脱水处理,方法同4.3。

4.10 无水乙醇(GB 678):需脱水处理,方法同4.3。

4.11 二氧化硫:钢瓶装二氧化硫或硫酸分解饱和亚硫酸钠溶液制得的二氧化硫,均需脱水干燥处理。

4.12 卡尔·费休试剂:按GB 6283中4.12规定配制。