

## GB 8570.3—88

本标准等效采用国际标准ISO 4276—78 《工业用无水氨——蒸发残留物测定——重量法》。

本标准规定了以重量法测定液体无水氨(液氨)残留物含量。

本方法适用于残留物含量等于或大于0.02% ( $m/m$ ) 的产品, 为测定残留物含量的仲裁方法。

注: 如残留物含量低于本标准测定方法的下限, 则报告为 $<0.02\% (m/m)$ 。

### 1 引用标准

GB 601 化学试剂 标准溶液制备方法

GB 8570.1 液体无水氨 实验室样品的采取

### 2 原理

在室温下, 蒸发液氨试样后, 将蒸发残留物称量, 在指示剂存在下, 以硫酸标准溶液滴定蒸发残留物中的氨, 由蒸发残留物称得量中减去测得的氨含量, 求得残留物含量。

### 3 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。

3.1 冷冻剂: 固体二氧化碳(干冰)和工业酒精混和物, 致冷温度 $-35\sim-40^{\circ}\text{C}$ 。

3.2 硫酸(GB 625—77): 约10% ( $m/m$ ) 溶液。

3.3 硫酸(GB 625—77):  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{mol/L}$ (相当于1N)标准溶液, 按GB 601配制和标定。

3.4 甲基红(HG 3—958—76): 1g/L的95% ( $V/V$ ) 乙醇溶液。

3.5 硅脂: 润滑玻璃活塞用。

### 4 仪器

通常的实验室仪器和:

4.1 试样取样装置(见图)

4.1.1 玻璃试管: 总体积约150ml, 100ml处刻有标线, 29号内接标准磨口配以相应外接标准磨口玻璃塞, 使其中的一支管连接三通活塞3, 另一支管与两个1000ml的锥形瓶A和B串联。

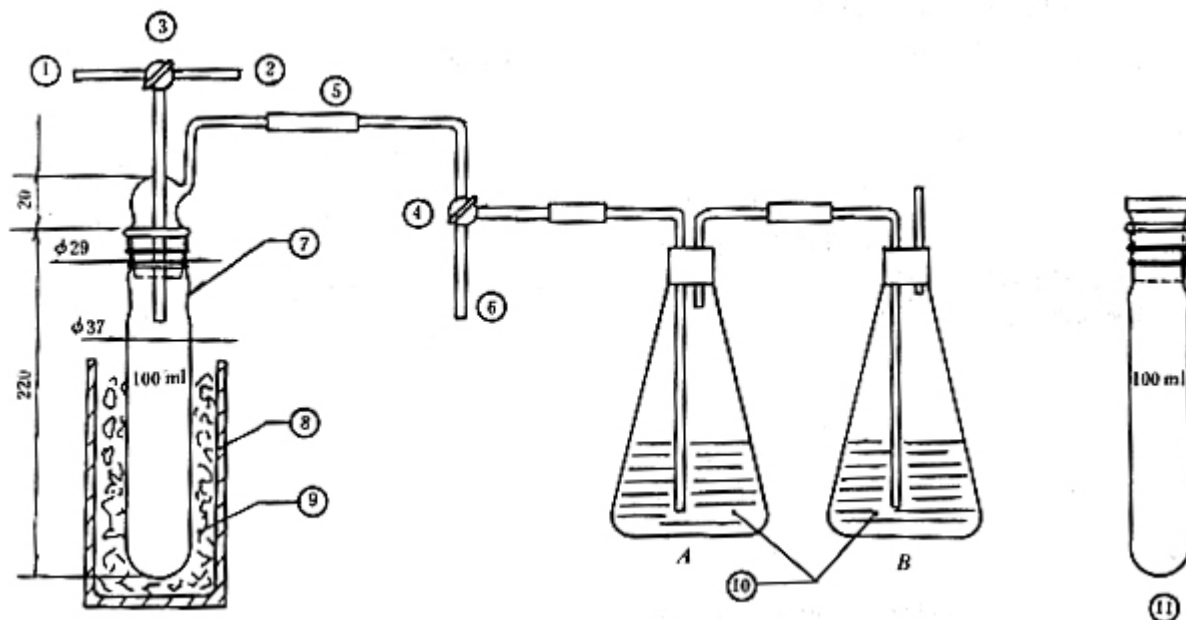
由此, 在装配的仪器中, 试管可与两个三通活塞3和4相连, 再分别与液氨取样钢瓶和两个锥形瓶A、B连接。

玻璃活塞涂以硅脂(3.5)润滑, 或改用聚四氟乙烯制成。

4.1.2 杜瓦瓶：放试管(4.1.1)用，试管放入后可看清其标线。

## 5 取样

按GB 8570.1规定采取实验室样品。



试样取样装置图

1—取样钢瓶连接口；2，6—放空口；3，4—三通活塞；5—连接点；

7—试管；8—杜瓦瓶；9—冷冻剂；10—硫酸溶液；11—带塞试管

## 6 操作手续

### 6.1 试样的采取

称量两个各注入约500ml硫酸溶液(3.2)和2滴甲基红溶液(3.4)、并接有自连接点5处(见图)起的连接管的锥形瓶A和B质量，称准至0.1g。

称量带塞试管(4.1.1)的质量(称准至0.0001g)。将试管浸入杜瓦瓶(4.1.2)内冷冻剂(3.1)中，至四分之三深度。取下塞子，接上锥形瓶A和B。

旋转活塞3，使试管封闭，1和2端通向大气。

用橡皮管将1端与装实验室样品的取样钢瓶相连，小心开启钢瓶阀A，让氨慢慢逸入大气中，直至1和2端很好冷却，出现氨的液滴。

旋动活塞4，让6端开向大气；此时，随即旋转活塞3，使2端封闭，1端与试管接通。

立即转动活塞4，使试管和两个锥形瓶接通，并封闭6端。由此，液氨被收集于试管中，而氨气为两个锥形瓶中的硫酸溶液(3.2)所吸收。

当试管中液氨达到100ml标线，立即转动活塞4，使试管通向大气，隔离锥形瓶，同时旋