

GB 8570.5—88

本标准等效采用国际标准ISO 7105—85 《工业用液体无水氨——水分测定——卡尔·费休法》。

本标准规定了液体无水氨(液氨)水分的卡尔·费休直接电量测定方法。

本方法适用于水分等于或大于50mg / kg的产品。

注：当水分大于1000mg / kg时，可按GB 8570.3测得的残留物含量估算，以适量无水甲醇(3.4)稀释蒸发残留物，然后取一定量稀释溶液测定。

1 引用标准

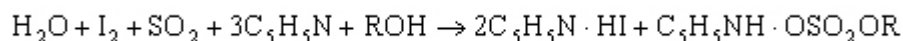
GB 8570.1 液体无水氨 实验室样品的采取

GB 8570.3 液体无水氨 残留物含量的测定 重量法

GB 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

2 原理

在乙二醇存在下，蒸发液氨试样后，利用水和卡尔·费休试剂(碘、二氧化硫、吡啶和甲醇组成的溶液)进行的定量反应。



由直接电量法测定蒸发残留物的水分。

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 乙二醇(HG B 3318—60)：水分不大于0.1% (m/m)，如含水量超过，可于500ml乙二醇中加入5A分子筛约50g，塞上瓶塞，摇动后，放置过夜，吸取上层清液使用；

注：乙二醇极易吸湿，须防止大气中湿气影响。

3.4 甲醇(GB 683—79)：水分不大于0.03% (m/m)，如含水量超过，按3.3规定方法处理；

3.5 冰乙酸(GB 676—78)： $\rho=1.05\text{g/L}$ ；

3.6 甲醇-乙酸溶液：100ml冰乙酸(3.5)和900ml甲醇(3.4)相混匀；

3.7 卡尔·费休试剂：按GB 6283中4.12条规定配制；

3.8 酒石酸钠(HG 3—1101—77)或水；

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

3.10 5A分子筛: 直径3~5mm的粒状干燥剂, 使用前于500℃焙烧2h, 然后置于含分子筛的干燥器中冷却, 使用过的分子筛经水洗、烘干、焙烧后可重复使用;

3.11 活性硅胶: 用作填充干燥剂;

3.12 硅脂: 润滑玻璃活塞和磨口接头用。

4 仪器

通常的实验室仪器和:

4.1 试样取样装置

按GB 8570.3中4.1条规定及其附图装配仪器。

4.2 直接电量滴定装置

按GB 6283中5.1条规定及其附录B图示装配仪器, 所用玻璃器件应经过干燥处理, 磨口接头用硅脂(3.12)润滑。

5 取样

按GB 8570.1规定采取实验室样品。

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(3.9)、并接有自连接点5处起的连接管的锥形瓶A和B质量, 称准至0.1g。

将不带塞试管浸入杜瓦瓶内冷冻剂(3.1)中, 至四分之三深度。加入2.0ml乙二醇(3.3), 塞好, 接上锥形瓶A和B。

以下按GB 8570.3中6.1条从“旋转活塞3, 使试管封闭, 1和2端……”开始进行操作, 采取试样。

6.2 卡尔·费休试剂的标定

于直接电量滴定装置(4.2)的滴定容器中, 加甲醇(3.4)至淹没电极, 接通电源, 打开电磁搅拌器, 调节仪器, 使电流计指示出低电流(通常为几个微安), 滴加卡尔·费休试剂(3.7), 使与存在于甲醇中的微量水反应, 直到电流计指针突然产生较大偏转, 并至少保持稳定1min。

在小玻璃管中, 称取约0.250g酒石酸钠(3.8), 称准至0.0001g, 移去青霉素瓶塞, 迅速将其加入到滴定容器中, 然后再称量小玻璃管, 通过减差确定加入的酒石酸钠质量。也可由滴瓶加入约0.040g水, 称量加到滴定容器前、后滴瓶的质量; 或用10~50 μ l的微型注射器经青霉素瓶塞注射水入滴定容器中。