

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8570.3—2010  
代替 GB/T 8570.3—1988

---

## 液体无水氨的测定方法 第 3 部分：残留物含量 重量法

Determination of liquefied anhydrous ammonia—  
Part 3: Residue content—Gravimetric method

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

## 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 3 部分。

本部分代替 GB/T 8570.3—1988《液体无水氨 残留物含量的测定 重量法》。

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：武娟、冯卓、季敏、陈洁。

本部分于 1988 年首次发布。

# 液体无水氨的测定方法

## 第3部分:残留物含量 重量法

**警告**——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法律规定的条件。液体无水氨高毒,对皮肤、黏膜和眼睛有腐蚀性,接触可引起严重灼伤。操作时应进行适当防护。

### 1 范围

本标准规定了以重量法测定液体无水氨(液氨)残留物含量。

本标准适用于残留物含量不小于0.02%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,则报告为质量分数 $<0.02\%$ 。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 8570 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 8570.1—2008 液体无水氨的测定方法 第1部分:实验室样品的采取

HG/T 2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

### 3 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。

### 4 试剂和材料

本部分所用试剂、溶液和水,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

4.1 硫酸溶液:约10%;

4.2 硫酸标准滴定溶液, $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ ;

4.3 甲基红指示液:1 g/L;

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

4.5 硅脂,润滑玻璃活塞用。

### 5 仪器

5.1 一般实验室仪器。

5.2 试样取样装置,见图1。

5.2.1 玻璃试管:总体积约150 mL,100 mL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1 000 mL的锥形瓶I和II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I、II连接。

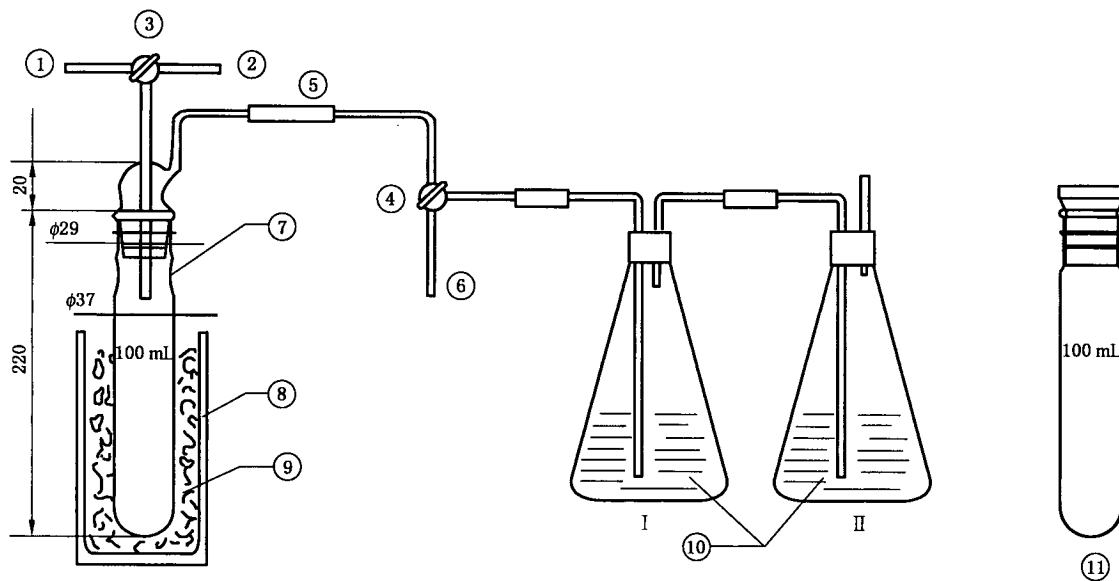
玻璃活塞涂以硅脂润滑,或改用聚四氟乙烯制成。

5.2.2 杜瓦瓶,放试管用,试管放入后可看清其标线。

## 6 取样

按 GB/T 8570.1 规定采取实验室样品。

单位为毫米



- 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；
- I 和 II——装有硫酸溶液的锥形瓶。

图 1 试样取样装置图

## 7 分析步骤

做两份试料的平行测定。

### 7.1 试样的采取

称量两个各注入约 500 mL 硫酸溶液和 2 滴甲基红指示液、并接有自连接点 5 处(见图 1)起的连接管的锥形瓶 I 和 II 质量,称准至 0.1 g。

称量带塞试管的质量(称准至 0.000 2 g)。将试管浸入杜瓦瓶内冷冻剂中,至四分之三深度。取下塞子,接上锥形瓶 I 和 II。

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,小心开启钢瓶针形阀 A(见 GB/T 8570.1—2008 中图 1),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。

旋转活塞 4,封闭锥形瓶端、使试管通过 6 端通向大气;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,封闭 6 端、使试管和两个锥形瓶接通。由此,液氨被收集于试管中,溢出的

氨气被两个锥形瓶中的硫酸溶液所吸收。

当试管中液氨达到 100 mL 标线,立即转动活塞 4,封闭锥形瓶端、使试管通向大气,隔离锥形瓶,同时旋转活塞 3,封闭试管,让钢瓶中的氨气经 2 端逸入大气中。

此后,关闭取样钢瓶针形阀 A(见 GB/T 8570.1—2008 中图 1),拆下钢瓶。

采取试样后,随即拆下附有自连接点 5 处起的连接管的两个锥形瓶 I 和 II,待冷却至室温后,称量,称准至 0.1 g。

### 7.2 测定

从杜瓦瓶中取出装试样的试管,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所组成的蒸发残留物为止。

待试管和蒸发残留物达到室温后,通以缓慢的干空气流(约 100 L/h)30 s。塞好试管,用洁净干布揩抹干净外壁后,称量,称准至 0.000 2 g。

用适量水稀释试管中的残留物,转移入 250 mL 锥形瓶中,继续用水洗涤数次,直至洗涤液呈中性反应为止,将洗涤液合并入锥形瓶中,加 50mL 水和两滴甲基红指示液,摇匀,用硫酸标准滴定溶液滴定至溶液从黄色转变为微红色。

### 8 分析结果的表述

残留物含量  $w$ ,以质量分数计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_2 - m_1 - m_3}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_2$ ——带塞试管和蒸发残留物质量,单位为克(g);

$m_1$ ——空的带塞试管质量,单位为克(g);

$m_3$ ——蒸发残留物中氨的质量,单位为克(g);

$m_0$ ——试样质量[为收集于试管中的液氨毫升数乘以 0.68(0.68 g/mL 为液氨密度)和两个锥形瓶及所附自连接点 5 处起的连接管质量增量之和],单位为克(g);

$m_3$  按式(2)计算:

$$m_3 = cV_1 \times 0.0017 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$c$ ——硫酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ ——滴定消耗硫酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.017——氨的毫摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

计算结果表示至小数点后两位,取两次平行计算结果的算术平均值作为测定结果。

### 9 允许差

平行测定结果的绝对差值应符合表 1 要求。

表 1

残留物质量分数/%	绝对差值/%
≤0.1	≤0.02
>0.1	≤0.04

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
液 体 无 水 氨 的 测 定 方 法  
第 3 部 分：残 留 物 含 量 重 量 法  
GB/T 8570.3—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](http://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

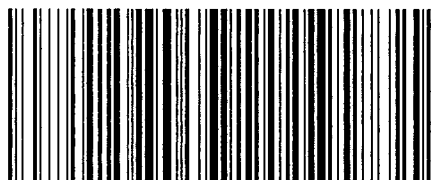
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字  
2010年11月第一版 2010年11月第一次印刷

\*

书号：155066·1-40607 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 8570.3-2010