



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8570.6—2010  
代替 GB/T 8570.6—1988

---

## 液体无水氨的测定方法 第 6 部分：油含量 重量法和红外吸收光谱法

Determination of liquefied anhydrous ammonia—  
Part 6: Oil content—Gravimetric and infra-red methods

(ISO 7106:1985 Liquefied anhydrous ammonia for industrial use—  
Determination of oil content—Gravimetric and  
infra-red spectrometric methods, MOD)

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 6 部分。

本部分代替 GB/T 8570.6—1988《液体无水氨 油含量的测定 重量法和红外光谱法》。

本部分修改采用 ISO 7106:1985《工业用液体无水氨 油含量的测定 重量法和红外光谱法》。

本部分与 ISO 7106:1985 的主要差异是：ISO 7106 采取试样 200 mL，本部分根据液体无水氨优等品油含量 $\leq 5$  mg/kg 的要求，修改为 400 mL；所用硫酸吸收溶液浓度对应增加 1 倍，为 20%。

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、武娟、冯卓、陈洁。

本部分于 1988 年首次发布。

# 液体无水氨的测定方法

## 第6部分:油含量

### 重量法和红外吸收光谱法

**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

GB/T 8570 的本部分规定了液体无水氨(液氨)中 105 °C 左右非挥发油含量的两种测定方法:重量法和红外吸收光谱法。

在以重量法测定的油含量低于 5 mg/kg 时,则检测结果以“小于 5 mg/kg”报出,或采用红外吸收光谱法测定。

#### 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 液体无水氨的测定方法 第1部分:实验室样品的采取

GB/T 8570.3—2010 液体无水氨的测定方法 第3部分:残留物含量 重量法

GB/T 8570.4 液体无水氨的测定方法 第4部分:残留物含量 容量法

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,用四氯化碳萃取蒸发残留物中的油。加热除去四氯化碳后,称量留下的残渣;或者在固定波长约 3.42  $\mu\text{m}$  处(对应于 CH 基团不对称振动的最强吸收光带),测定有机物的吸光度。

#### 4 试剂和材料

下列的部分试剂和溶液有毒或腐蚀,操作者应小心谨慎! 防止吸入其蒸气,严禁皮肤和眼睛接触,如溅到皮肤上应立即用水冲洗或适合的方式进行处理,如有不适应立即就医。

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

4.1 四氯化碳:用于红外吸收光谱法测定时,在分析波长 3.42  $\mu\text{m}$  附近,应不含有对该波长的红外光有吸收的杂质;

4.2 硫酸溶液,质量分数约 20%;

4.3 盐酸溶液,质量分数约 10%;

4.4 石蜡油标准溶液:0.5 mg/mL 的四氯化碳溶液。

称取 0.050 g 光谱纯石蜡油(常用正十六烷),称准至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加四氯化碳至约 50 mL,待溶解后,全部转移入 100 mL 容量瓶中,以同一四氯化碳稀释至刻度,摇匀;

4.5 甲基红指示液, 1 g/L;

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

4.7 硅脂: 润滑玻璃活塞用。

## 5 仪器

5.1 一般实验室用仪器;

5.2 试样取样装置

以总体积约 550 mL、400 mL 处刻有标线的玻璃试管代替总体积约 150 mL、100 mL 处刻有标线的玻璃试管, 见图 1。按 GB/T 8570.3—2010 中 5.2 规定及其附图装配仪器;

单位为毫米

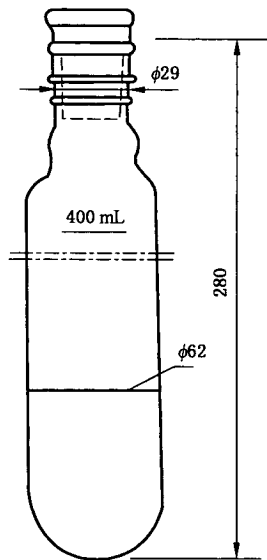


图 1 带塞试管图

5.3 电热恒温干燥箱, 温度可以控制在 $(105\pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;

5.4 铂蒸发皿, 容积约 70 mL;

5.5 红外分光光度计, 配有厚度 1 cm 的密封石英池。

## 6 取样

按 GB/T 8570.1 规定采取实验室样品。

## 7 分析步骤

做两份试料的平行测定。

### 7.1 试样的采取

按 GB/T 8570.3—2010 中 7.1 于试管(5.2)中采取 400 mL 试样。

### 7.2 油的分离

于 $(105\pm 2)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中, 将铂蒸发皿加热 1 h, 然后移入干燥器中冷却至室温后称量, 精确至 0.000 2 g。

从杜瓦瓶中取出含试样的试管, 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组成的蒸发残留物为止。

于试管中加少量水和一滴甲基红指示液后, 滴加盐酸溶液至蒸发残留物水溶液呈酸性。

注: 在用于红外光谱法测定时, 改用外指示剂法检验。

加 10 mL 四氯化碳,搅拌,转移入分液漏斗中,再用四氯化碳(每次用量 10 mL)洗涤试管 2~3 次,将洗涤液一并收集于分液漏斗中。

剧烈摇动分液漏斗后,待有机物沉降,经干燥滤纸慢慢过滤,收集滤液于已知质量的铂蒸发皿中。

再加 10 mL 四氯化碳于分液漏斗中,在剧烈摇动和有机物沉降后,继续用原滤纸过滤,一并将滤液收集于铂蒸发皿中。

用 10 mL 四氯化碳洗涤滤纸,合并洗涤液于收集的滤液中。

### 7.3 测定

#### 7.3.1 重量法

##### 7.3.1.1 溶剂的除去和油的称量

在良好的通风橱中,于沸水浴上蒸发铂蒸发皿中的四氯化碳,然后将其移入 105 °C ± 2 °C 的恒温干燥箱中,加热 15 min~20 min。

将铂蒸发皿移入含活性硅胶的干燥器中,冷却、称量,称准至 0.000 2 g。

##### 7.3.1.2 分析结果的表述

油含量  $w_1$ ,以 105 °C 下的非挥发油的质量分数计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_2$ ——铂蒸发皿和油的质量的数值,单位为克(g);

$m_1$ ——铂蒸发皿质量的数值,单位为克(g);

$m_0$ ——试料质量[为收集于试管中的液氮毫升数乘以 0.68(0.68 g/mL 为液氮的密度)和两个锥形瓶及所附自连接点 5 处起的连接管的质量增量之和]的数值,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后五位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

##### 7.3.1.3 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于 100%。

#### 7.3.2 红外吸收光谱法

##### 7.3.2.1 试液的制备

从干燥器中取出按 7.3.1.1 操作所得的含油铂蒸发皿,加 10 mL 四氯化碳,待油溶解后,转移入 50 mL 容量瓶中,再用四氯化碳洗涤两到三次,用四氯化碳稀释至刻度,摇匀。

##### 7.3.2.2 标准曲线的绘制

按表 1 给定的用量,在一系列 50 mL 容量瓶中,分别加入给定体积的石蜡油标准溶液,再用四氯化碳稀释至刻度,摇匀。

表 1 标准溶液体积和对应的石蜡油质量

石蜡油标准溶液体积/mL	石蜡油的质量/mg
0.50	0.25
1.00	0.50
2.00	1.00
3.00	1.50
4.00	2.00
5.00	2.50

将红外分光光度计的分析波长调节至 3.42  $\mu\text{m}$  处,以四氯化碳为背景调节吸光度为零,分别测定各标准溶液的吸光度。

## GB/T 8570.6—2010

以 50 mL 标准溶液中所含的石蜡油毫克数为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。  
每次测定均应绘制新的标准曲线。

## 7.3.2.3 试液的测定

按 7.3.2.2 中标准溶液测定部分同样操作,对 7.3.2.1 中的试液进行吸光度测定。

## 7.3.2.4 分析结果的表述

油含量  $w_2$ ,以 105 °C 下的非挥发油的质量分数计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_3}{m_0 \times 1\,000} \times 100\% = \frac{m_3}{m_0 \times 10} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

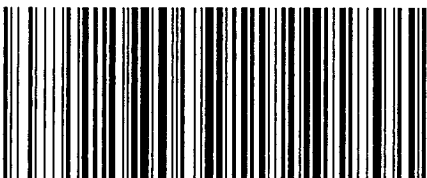
$m_3$ ——从标准曲线上查出试液吸光度对应的油的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——试料质量[为收集于试管中的液氮毫升数乘以 0.68(0.68 g/mL 为液氮的密度)和两个锥形瓶及所附自连接点 5 处起的连接管的质量增量之和]的数值,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后五位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

## 7.3.2.5 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于 100%。



GB/T 8570.6-2010

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-40610

定价: 14.00 元