



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8570.5—2010  
代替 GB/T 8570.5—1988

---

## 液体无水氨的测定方法 第 5 部分：水分 卡尔·费休法

**Determination of liquefied anhydrous ammonia—  
Part 5: Water content—Karl Fischer method**

(ISO 7105:1985 Liquefied anhydrous ammonia for industrial use—  
Determination of water content—Karl Fischer method, 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 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 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 5 部分。

本部分代替 GB/T 8570.5—1988《液体无水氨 水分的测定 卡尔·费休法》。

本部分修改采用 ISO 7105:1985《工业用液体无水氨 水分测定 卡尔·费休法》。

本部分与 ISO 7105:1985 的主要差异是：将 ISO 7105:1985 中引用的 ISO 760 水分的测定 卡尔·费休法(通用法)的内容直接写到标准中。

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、冯卓、武娟、陈洁。

本部分于 1988 年首次发布。

# 液体无水氨的测定方法

## 第5部分:水分 卡尔·费休法

**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 的本部分规定用卡尔·费休法测定液体无水氨的水分。

本部分适用于水分不小于 0.005 0% 的液体无水氨产品。

### 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 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(GB/T 6283—2008, ISO 760:1978, NEQ)

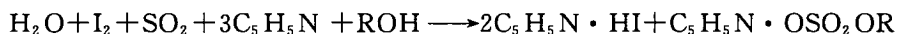
GB/T 8570.1 液体无水氨的测定方法 第1部分:实验室样品的采取

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

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

### 3 原理

在乙二醇的存在下,蒸发液体无水氨试样后,水分与已知水的滴定度的卡尔·费休试剂进行定量反应,反应式如下:



当水分大于 0.1% 时,按 GB/T 8570.3 测得的残留物含量估算,以适量无水甲醇稀释蒸发残留物,然后取一定量的稀释溶液进行测定。

### 4 试剂和材料

下列的部分试剂和溶液易燃且对人体有毒有害,操作者应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,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,均应符合 HG/T 2843 的规定。

4.1 甲醇:水的质量分数 $\leq 0.03\%$ ,如水的质量分数 $> 0.03\%$ ,向 500 mL 甲醇中加入 5A 分子筛约 50 g,塞上瓶塞,放置过夜,吸取上层清液使用;

4.2 乙二醇:水的质量分数 $\leq 0.1\%$ ,如水的质量分数 $> 0.1\%$ ,脱水处理的方法同 4.1;

4.3 二水合酒石酸钠;

4.4 硫酸溶液,10%;

4.5 卡尔·费休试剂;

注:无吡啶的卡尔·费休改进试剂也可使用,但在仲裁时,只能使用含吡啶的试剂。

- 4.6 甲醇-乙酸溶液:100 mL 冰乙酸和 900 mL 甲醇的混合;
- 4.7 5A 分子筛:直径 3 mm~5 mm 颗粒,用作干燥剂。使用前于 500 °C 下焙烧 2 h,并在内装新鲜分子筛的干燥器中冷却。使用过的分子筛可用水洗涤、烘干、焙烧、再生后备用;
- 4.8 冷冻剂,固体二氧化碳(干冰)和工业酒精的混合物,致冷温度 - 35 °C ~ - 40 °C ;
- 4.9 活性硅胶;
- 4.10 硅脂。

## 5 仪器

- 5.1 通常实验室用仪器;
- 5.2 试样取样装置,见 GB/T 8570.3—2010 中 5.2;
- 5.3 卡尔·费休直接电量滴定仪器,按 GB/T 6283 配备,或与之性能相当的卡尔·费休仪器。

## 6 采样

按 GB/T 8570.1 规定进行。

## 7 分析步骤

做两份试料的平行测定。

当水分大于 0.1% 时,按 GB/T 8570.3 测得的残留物含量估算,以适量无水甲醇稀释蒸发残留物,然后取一定量的稀释溶液进行测定。

### 7.1 试样

按 GB/T 8570.3—2010 中 7.1 采取试样,在试管插入杜瓦瓶中后,加入 2.0 mL 乙二醇。

### 7.2 卡尔·费休试剂的标定

按 GB/T 6283 规定步骤,用水或二水合酒石酸钠来标定卡尔·费休试剂的水的滴定度  $T$ 。

### 7.3 测定

从杜瓦瓶中取出含试料的试管,让氨在室温下经 2 端慢慢蒸发,直到试管底部为由氨水、乙二醇等室温下不挥发物所组成的蒸发残留物为止。

通过卡尔·费休直接电量滴定仪的排泄嘴将滴定容器中残液放完,用注射器经瓶塞注入 50 mL 甲醇于滴定容器中,甲醇量应足以淹没电极,接通电源,打开电磁搅拌器,与标定卡尔·费休试剂相同的方法,用卡尔·费休试剂滴定至电流计产生与标定时同样的偏斜,并保持稳定 1 min。

打开试管,加入 10.0 mL 甲醇-乙酸溶液,使其沿管壁流下。小心摇匀后迅速转移入滴定容器中,再用 10.0 mL 甲醇-乙酸溶液数份洗涤试管,至最大用量为 50.0 mL,迅速将洗涤液一并全部转移到滴定容器中。

使用与标定同样的操作步骤,用卡尔·费休试剂滴定至终点,记录所消耗的卡尔·费休试剂的体积。

### 7.4 空白试验

按测定同样的方法,使用相同的试剂,但不含试料进行空白试验。

## 8 分析结果的表述

水分  $w_1$ ,以水(H<sub>2</sub>O)的质量分数计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2)T}{m \times 10} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$V_1$ ——滴定所消耗的卡尔·费休试剂的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——空白试验消耗的卡尔·费休试剂的体积的数值,单位为毫升(mL);

$T$ ——卡尔·费休试剂对水的滴定度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——试料质量[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)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

## 9 允许差

水分 $\leq 0.1\%$ 时,平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%;

水分 $> 0.1\%$ 时,平行测定结果的绝对差值不大于 0.04%。

---

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
液 体 无 水 氨 的 测 定 方 法  
第 5 部 分：水 分 卡 尔 · 费 休 法  
GB/T 8570.5—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

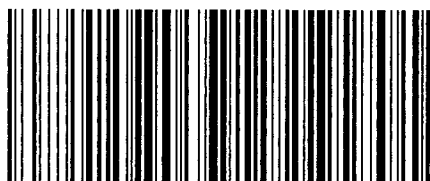
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字  
2010年11月第一版 2010年11月第一次印刷

\*

书号：155066·1-40609 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 8570.5—2010