

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 2735—2015

干粉灭火剂中硫酸铵含量的测定 总氮含量法

Determination of ammonium sulfate content for fire extinguishing media

Total nitrogen content method

2015-12-22 发布

2016-01-22 实施

山东省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省质量技术监督局提出。

本标准由山东省化工标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省产品质量检验研究院、青岛楼山消防器材厂。

本标准主要起草人：马娟、王忠、陈现景、高勇、朱亚州、刘建志、尚柱、杨森、赵全磊。

干粉灭火剂中硫酸铵含量的测定 总氮含量法

1 范围

本标准规定了干粉灭火剂中硫酸铵含量的测定方法。

本标准适用于由磷酸二氢铵、硫酸铵为主要原材料制得的干粉灭火剂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 4066.2—2004 干粉灭火剂 第2部分：ABC干粉灭火剂

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

用丙酮破坏干粉灭火剂表面的硅膜后，用水溶解试样并过滤不溶物后定容。取部分待测溶液置于蒸馏瓶中，加入过量碱液蒸馏出氨，吸收在过量的硫酸溶液中，在指示剂存在下，用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定得总氮含量。另取部分待测溶液测定磷酸二氢铵含量。用总氮含量减去磷酸二氢铵中的氮含量即可换算出硫酸铵的含量。

4 试剂和材料

4.1 丙酮。

4.2 氢氧化钠溶液：450 g/L。

4.3 硫酸标准溶液： $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1.000\text{ mol/L}$ 。

4.4 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=1.000\text{ mol/L}$ 。

4.5 甲基红-亚甲基蓝混合指示液：溶解 0.1 g 甲基红于 50 mL 乙醇中，再加入 0.05 g 亚甲基蓝，溶解后，用乙醇稀释至 100 mL。

5 仪器

5.1 蒸馏仪器

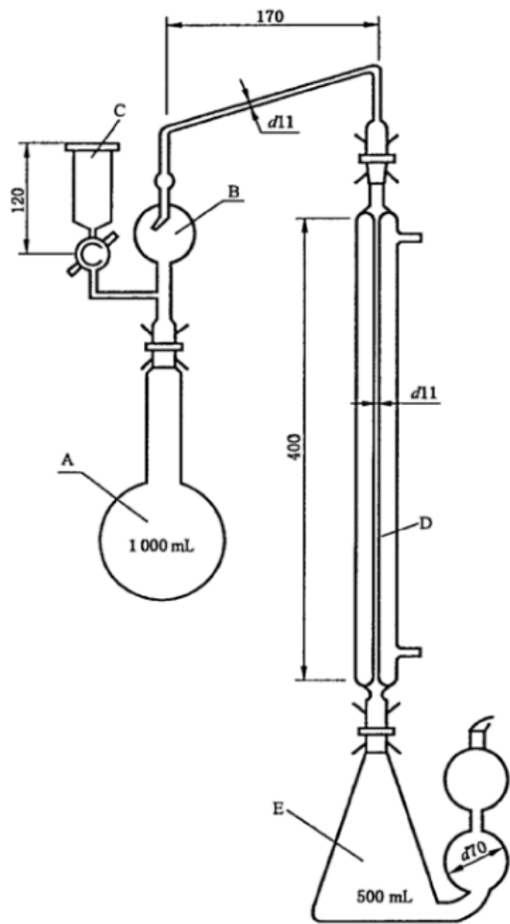
5.1.1 带标准磨口的成套仪器或能保证定量蒸馏和吸收的任何仪器。

5.1.2 蒸馏仪器的各部件用橡胶塞和橡皮管连接，或是采用球形磨砂玻璃接头，为保证系统密封，球形玻璃接头应用弹簧夹子夹紧。

5.1.3 仪器包括以下各部分，如图 1 所示：

- a) 蒸馏瓶，容积为 1 L 的圆底烧瓶；
- b) 单球防溅球管和顶端开口、容积约 50 mL 与防溅球进出口平行的圆筒形滴液漏斗；
- c) 直形冷凝管：有效长度约 400 mm；
- d) 吸收瓶：容积约 500 mL 的锥形瓶，瓶侧连接双连球。

单位为毫米



说明：
A——蒸馏瓶；
B——防溅球管；
C——滴液漏斗；
D——冷凝管；
E——带双连球锥形瓶。

图1 蒸馏装置图

5.2 天平

感量0.2 mg。

5.3 碱式滴定管

量程25 mL, 分度值 0.1 mL。

6 试验方法

6.1 一般规定

6.1.1 本标准要求的试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

6.1.2 试验所需的溶液按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

6.2 分析步骤

6.2.1 待测溶液制备

称取磷酸铵盐干粉灭火剂试样1 g, 精确至0.2 mg, 置于蒸发皿中, 加2 mL丙酮, 用玻璃棒不断研磨。待丙酮挥发后, 加入少量热三级水(60~70)℃溶解过滤, 用约250 mL三级水洗涤不溶物, 将滤液和洗涤液全部收集在500 mL容量瓶中, 用三级水稀释至500 mL, 摇匀, 即为待测溶液。

6.2.2 蒸馏

吸取50.0 mL待测溶液于蒸馏瓶中, 加入约300 mL水和几粒防爆沸石(或防爆装置: 将聚乙烯管接触烧瓶底部)。用移液管加25.0 mL硫酸标准溶液于吸收瓶中, 加水使溶液量能淹没吸收瓶的双连球平颈, 加5滴混合指示剂。用硅脂涂抹仪器接口, 安装好蒸馏仪器, 并保证仪器所有连接部分密封。通过滴液漏斗往蒸馏瓶中加入氢氧化钠溶液50 mL。放液时, 待滴液漏斗内存留几毫升溶液时, 加水冲洗滴液漏斗, 并关闭活塞, 继续向漏斗内加水保持一定的液面高度。加热蒸馏, 直到吸收瓶中的收集量达到250~300 mL时, 移开吸收瓶, 用pH试纸检查冷凝管出口液滴, 如无碱性停止加热, 打开滴液漏斗, 拆下防溅球管, 用水冲洗冷凝管, 并将洗涤液收集在吸收瓶中, 拆下吸收瓶。

6.2.3 滴定

将吸收瓶中的溶液混合均匀, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定, 直至溶液呈现灰绿色为滴定终点, 记录消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V_1 。

6.2.4 空白试验

按上述操作步骤进行空白试验, 记录消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V_0 。

6.2.5 总氮含量的计算

总氮含量, 以氮的质量分数 ω_1 计, 数值以%表示, 按下列公式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{c(V_0 - V_1) \times 0.01401}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);
- V_0 ——空白试验时, 使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL);
- V_1 ——测定时, 使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积的准确数值, 单位为毫升(mL);

m ——试样质量的数值，单位为克（g）；

0.01401 ——与1.00 mL氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的氮质量。

6.2.6 磷酸二氢铵含量的检测

依据GB 4066.2—2004中附录A的方法检测样品中磷酸二氢铵的质量分数 ω_2 。

6.2.7 硫酸铵[(NH₄)₂SO₄]含量的计算

硫酸铵(NH₄)₂SO₄的质量分数以 ω_3 计，数值以%表示，按下列公式（2）计算：

$$\omega_3 = \left(\omega_1 - \omega_2 \times \frac{14.01}{115.03} \right) \times \frac{132.14}{14.01} \times \frac{1}{2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω_1 ——按公式(1)测得的总氮含量的准确数值，以%表示；

ω_2 ——样品中磷酸二氢铵含量的准确数值，以%表示；

14.01 ——氮元素摩尔质量的数值；

115.03 ——磷酸二氢铵摩尔质量的数值；

132.14 ——硫酸铵摩尔质量的数值；

$\frac{1}{2}$ ——硫酸铵与氮元素摩尔比值的换算系数。

6.2.8 允许差

两次平行测定结果之差不大于0.30 %，取其算术平均值为测定结果。
