

ICS 71.060.50
G 12
备案号:41841—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4523—2013

硝酸铵溶液

Ammonium nitrate solution

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准负责起草单位:福建永安双华化工有限公司、福建海峡科化股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、河北冀衡赛瑞化工有限公司。

本标准参加单位:钟祥凯龙楚兴化工有限责任公司、天脊煤化工集团股份有限公司、大化集团有限责任公司、中国氮肥工业协会。

本标准主要起草人:徐德安、苏明阳、杨裴、李庆青、黄业英、张亚明、王百文、闫成华、张荣、陈榕光、王立庆、陈能军、李维德。

硝酸铵溶液

1 范围

本标准规定了硝酸铵溶液的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于由氨与稀硝酸中和制得的硝酸铵溶液,该产品用于制备工业炸药、硝酸盐、硝态氮肥等的原料。

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 190 危险货物包装标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 18564.1—2006 道路运输液体危险货物罐式车辆 第1部分:金属常压罐体技术要求

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分:制剂及制品的制备

JT 617 汽车运输危险货物规则

3 分子式和相对分子质量

分子式: NH_4NO_3

相对分子质量:80.02(按2011年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:结晶温度以上为无色或淡黄色透明液体。

4.2 硝酸铵溶液按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标
硝酸铵(NH_4NO_3) $w/\%$	65.0~95.0
pH(10%硝酸铵溶液)	4.5~7.0
灼烧残渣 $w/\%$	≤ 0.05

5 试验方法

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

5.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、试剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下,于烧杯中用目视法判定外观。

5.4 试验溶液的制备

量取硝酸铵溶液约 200 mL~300 mL,置于已知质量(m_0)的烧杯中,用适量的水(m_1)将烧杯内壁粘附的试样洗入烧杯内,直至用玻璃棒搅拌 3 min~4 min 后烧杯内无可见硝酸铵结晶,称量(m_2),精确至 0.1 g,此溶液为试验溶液 A,将用于以下所有项目的检验。

试验溶液 A 的稀释倍率以 k 计,按公式(1)计算:

$$k = \frac{m_2 - m_0}{m_2 - m_1 - m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_0 ——烧杯的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——利用减量法计算出的加入水的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——稀释后硝酸铵试验溶液和烧杯的质量的数值,单位为克(g)。

5.5 硝酸铵含量的测定

5.5.1 方法提要

在中性溶液中,铵盐与甲醛作用,生成六亚甲基四胺和相当于铵盐含量的酸,在指示剂存在下,用氢氧化钠标准溶液滴定。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) \approx 0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2.2 中性甲醛溶液:1+1;

将 37 % 甲醛溶液用等体积的水稀释后,加 2 滴酚酞指示液,滴加 0.1 mol/L NaOH 标准溶液至溶液呈粉红色。

5.5.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

5.5.2.4 甲基红指示液:1 g/L。

5.5.3 分析步骤

称取约 1.5 g 试验溶液 A,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL~120 mL 水,加 1 滴甲基红指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液调节至溶液呈橙色。

加入 15 mL 中性甲醛溶液至试液中,摇匀,放置 5 min,加入 3 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定溶液呈粉红色,保持 1 min,颜色不消失即为终点。

同时进行空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

5.5.4 结果计算

试验溶液 A 中硝酸铵的含量以硝酸铵(NH_4NO_3)的质量分数 w_1 计,按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

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);

m ——试验溶液 A 质量的数值,单位为克(g);

M ——硝酸铵(NH_4NO_3)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=80.02$)。

硝酸铵的含量以硝酸铵(NH_4NO_3)的质量分数 w_2 计,按公式(3)计算:

$$w_2 = w_1 k \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_1 ——按公式(2)计算出的试验溶液 A 中硝酸铵的质量分数,以%表示;

k ——按公式(1)计算出的试验溶液 A 的稀释倍率。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.30 %。

5.6 pH 的测定

5.6.1 方法提要

将试样溶于水,用酸度计测定 10 %硝酸铵溶液的 pH。

5.6.2 试剂和材料

无二氧化碳的水。

5.6.3 仪器

酸度计:分度值为 0.02,配有复合电极或玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极。

5.6.4 分析步骤

在 200 mL 烧杯中,先加入一定质量(m_1)的试验溶液 A,再加入一定质量(m_2)的无二氧化碳的水,配制成 100 g 的 10 %硝酸铵溶液,用酸度计测定该溶液的 pH。

10 %硝酸铵溶液需加入的试验溶液 A 的质量 m_1 ,按公式(4)计算:

$$m_1 = \frac{100 \times 10 \%}{w_1} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_1 ——按公式(2)计算出的试验溶液 A 中硝酸铵的质量分数,以%表示。

10 %硝酸铵溶液需加入的无二氧化碳的水的质量 m_2 ,按公式(5)计算:

$$m_2 = 100 - m_1 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——按公式(4)计算出的加入试验溶液 A 的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2。

5.7 灼烧残渣的测定

5.7.1 方法提要

将试样干燥后用电炉加热使其分解挥发,在 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 高温炉将试样灼烧至质量恒定,根据试样剩余的量,确定试样的灼烧残渣。

5.7.2 仪器、设备

5.7.2.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.7.2.2 高温炉:温度能控制在 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.7.2.3 瓷坩埚:容量 50 mL。

5.7.2.4 电炉。

5.7.3 分析步骤

称取约 20 g 试验溶液 A,精确至 0.01 g,置于预先于 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,置于温度控制在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至固态,再用电炉缓缓加热,使试样完全分解挥发,再移入 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定。

5.7.4 结果计算

灼烧残渣以质量分数 w_3 计,按公式(6)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{mw_1} \times 100 \% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_1 ——灼烧后瓷坩埚和残渣的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——瓷坩埚的质量的数值，单位为克(g)；

w_1 ——按公式(2)计算的试验溶液 A 中硝酸铵的质量分数，以 % 表示；

m ——试验溶液 A 的质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 %。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

6.1.1 型式检验

要求中规定所有项目为型式检验项目，正常生产情况下每六个月进行一次型式检验。在下列情况下应进行型式检验：

- a) 更新关键设备和生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产又恢复生产；
- d) 与上次型式检验有较大的差异；
- e) 合同规定。

6.1.2 出厂检验

要求中规定的硝酸铵含量、pH 两项指标为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产同等质量的产品为一批，也可按产品贮罐组批。

6.3 按照 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定确定采样单元数和液体采样设备。采样时可用玻璃制采样管、铝制采样管或加重型采样器取样。采取具有代表性的试样，取样量不少于 500 mL。将所采的样品收集于清洁干燥带磨口塞的瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。应保证取样瓶周围不出现结晶，如果出现结晶，应在取样时采取保温措施避免结晶的出现。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准要求，应重新采取两倍量试样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。

6.5 按 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本标准。

7 标志、标签

7.1 硝酸铵溶液产品包装槽罐车上应有牢固清晰的标志，内容包括：产品名称、罐体体积、核载重量、和 GB 190 中规定的“氧化性物质”的标签。

7.2 每批出厂的硝酸铵溶液都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号（或生产日期）和本标准编号。

8 包装、运输和贮存

8.1 硝酸铵溶液应采用保温性能良好、双层夹套式不锈钢材质的槽车灌装，槽车应具有加热和蒸气吹扫功能，应达到在 -20 ℃ 条件下运输，罐体内硝酸铵溶液 24 h 降温不超过 10 ℃，罐装容器应符合 GB 18564.1—2006 的要求。

8.2 硝酸铵溶液主要采用公路运输形式，公路运输必须执行交通部颁发的 JT 617 的相关规定。硝酸铵溶液应避免与油类、木屑等有机物及金属性粉末等混装混运，运输槽车应专车专用。

8.3 硝酸铵溶液运输、贮存时应避免液体结晶或过热分解。

9 安全

9.1 硝酸铵与硫黄、硫铁矿、酸、过磷酸钙、漂白粉和粉末金属(特别是锌)作用时,能分解析出有毒的氮氧化物和氧,所析出的氧能引起燃烧而导致火灾;硝酸铵被有机物料污染或在高温状态时,将剧烈分解而导致爆炸。

9.2 在硝酸铵溶液的充装和运输过程中,如遇少量泄漏可待其冷却结晶后收集处理,大量泄漏时可用砂土(不得混有木屑、纸张、油脂等可燃有机物)围堵,冷却后回收处理。

9.3 硝酸铵分解温度为 210 ℃,因而生产、贮存等场所应备有消防器材和应急救援器材,如发生火灾应用大量水扑灭。

9.4 装卸过程操作人员应佩戴防护镜、防护手套等劳动保护用品,如被硝酸铵溶液烫伤可用大量水冲洗降温,严重时应立即就医。

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

硝酸铵溶液

HG/T 4523—2013

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数11千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1591

BZ002103023



购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00元

版权所有 违者必究