



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 39297—2020

---

## 二硝酰胺铵水溶液

Ammonium dinitramide aqueous solution

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 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(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位：中国科学院大连化学物理研究所、西安近代化学研究所、重庆新申世纪新材料科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、石狮市宝恒新材料科技有限公司、青岛盛瀚色谱技术有限公司、青岛海关技术中心、浙江水知音检测有限公司。

本标准主要起草人：张万生、汪营磊、申静、张涛、陈嘉宾、崔鹤、杨裴、张恩来、陈斌、俞明华、王晓东、王强、刘卫孝、丛伟民、高福磊、夏连根、王婧娜、王雅彬、丁峰、谭伍生、郭永欣、范国强。



## 二硝酰胺铵水溶液

**警示——**按 GB 12268—2012 第 6 章的规定,本产品属第 5 类 5.1 项氧化性物质,操作时应小心谨慎。在试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

### 1 范围

本标准规定了二硝酰胺铵水溶液的缩略语、技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于二硝酰胺铵水溶液。该产品主要用于生产推进剂(燃料)、气体发生剂、高能离子液体炸药及低特征信号高能氧化剂等。

### 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 191—2008 包装储运图示标志

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 12268—2012 危险货物品名表

GB/T 23951—2009 无机化工产品中灼烧残渣测定通用方法

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

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第 2 部分:杂质标准溶液的制备

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

### 3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{NH}_4\text{N}(\text{NO}_2)_2$

相对分子质量:124.06(按 2018 年国际相对原子质量)

### 4 缩略语

下列缩略语适用于本文件。

ADN:二硝酰胺铵(ammonium dinitramide)

AN:硝酸铵(ammonium nitrate)

AS:硫酸铵(ammonium sulfate)

## 5 技术要求

5.1 外观:黄色或黄绿色透明液体。

5.2 技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

| 项目                                                  | 指标           |
|-----------------------------------------------------|--------------|
| 二硝酰胺铵 $[\text{NH}_4\text{N}(\text{NO}_2)_2]$ $w/\%$ | 65.0~75.0    |
| 硝酸铵 $(\text{NH}_4\text{NO}_3)$ $w/\%$               | $\leq 0.6$   |
| 硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ $w/\%$           | $\leq 0.04$  |
| 钠(Na)、钾(K)、钙(Ca)、镁(Mg)总量/(mg/kg)                    | $\leq 100$   |
| 颗粒物/(mg/L)                                          | $\leq 10$    |
| 灼烧残渣 $w/\%$                                         | $\leq 0.015$ |

## 6 试验方法

### 6.1 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、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

### 6.2 鉴别

#### 6.2.1 仪器设备

6.2.1.1 微量注射器:1 mL。

6.2.1.2 紫外可见光分光光度计:配有光程为 1 cm 的石英比色皿。

#### 6.2.2 鉴别试验

用微量注射器取 0.4 mL 试样至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。再从中移取 1 mL 至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用紫外可见光分光光度计采用石英比色皿对该溶液进行测定,所得谱图与附录 A 推荐的谱图比对基本一致。

### 6.3 外观检验

在自然光下,于玻璃烧杯中用目视法判定外观。

### 6.4 二硝酰胺铵含量的测定

#### 6.4.1 原理

二硝酰胺铵水溶液中加入中性甲醛溶液,与溶液中的铵根离子反应,生成六次甲基四胺、强酸和水,

方程式如下：



用氢氧化钠溶液中和反应生成的强酸,消耗的氢氧化钠物质的量等于二硝酰胺铵水溶液中铵根的总物质的量(二硝酰胺铵、硝酸铵以及硫酸铵中的铵根物质的量之和),减去通过离子色谱法测定的杂质硝酸铵和硫酸铵中对应铵根离子物质的量,并据此计算出溶液中二硝酰胺铵的质量分数。

#### 6.4.2 试剂或材料

6.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.4.2.2 中性甲醛溶液:用氢氧化钠标准滴定溶液将甲醛溶液(40%)中和至  $\text{pH}=8$ 。

6.4.2.3 酚酞指示液(10 g/L)。

#### 6.4.3 试验步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 中性甲醛溶液,静置 5 min,加入酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定溶液至粉色为终点。

同时做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与试验溶液相同。

#### 6.4.4 试验数据处理

单位质量溶液中总铵根离子的物质的量  $n$ ,以  $\text{mol/g}$  表示,按公式(1)计算:

$$n = \frac{c \times (V_2 - V_1) \times 10^{-3}}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c$  ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升( $\text{mol/L}$ );

$V_2$  ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$V_1$  ——滴定空白试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m$  ——试料质量的数值,单位为克( $\text{g}$ )。

二硝酰胺铵含量以二硝酰胺铵 $[\text{NH}_4\text{N}(\text{NO}_2)_2]$ 的质量分数  $w_1$  计,按公式(2)计算:

$$w_1 = \left( n - \frac{w_2}{M_{\text{AN}}} - 2 \times \frac{w_3}{M_{\text{AS}}} \right) \times M_{\text{ADN}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$n$  ——按公式(1)计算得到的单位质量溶液中总铵根离子的物质的量,单位为摩尔每克( $\text{mol/g}$ );

$w_2$  ——按公式(3)计算得到的二硝酰胺铵溶液中硝酸铵的质量分数,%;

$w_3$  ——按公式(4)计算得到的二硝酰胺铵溶液中硫酸铵的质量分数,%;

$M_{\text{AN}}$  ——硝酸铵( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔( $\text{g/mol}$ )( $M=80.04$ );

$M_{\text{AS}}$  ——硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔( $\text{g/mol}$ )( $M=132.13$ );

$M_{\text{ADN}}$  ——二硝酰胺铵 $[\text{NH}_4\text{N}(\text{NO}_2)_2]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔( $\text{g/mol}$ )( $M=124.06$ )。

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 0.3%。

### 6.5 硝酸铵、硫酸铵含量的测定

#### 6.5.1 原理

用离子色谱仪在选定条件下测量标准溶液和试验溶液中硝酸根和硫酸根离子的色谱峰,根据峰面积定量试验溶液中硝酸根和硫酸根离子的含量,并据此计算出二硝酰胺铵水溶液中硝酸铵和硫酸铵含量。

## 6.5.2 试剂或材料

6.5.2.1 碳酸钠:色谱纯。

6.5.2.2 碳酸氢钠:色谱纯。

6.5.2.3 硝酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硝酸盐(以  $\text{NO}_3^-$  计)1 mg。6.5.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(以  $\text{SO}_4^{2-}$  计)0.1 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.2.5 水:符合 GB/T 6682—2008 中规定的一级水。

## 6.5.3 仪器设备

6.5.3.1 离子色谱仪。

6.5.3.2 色谱柱:阴离子色谱柱或性能相当的其他分析柱。

6.5.3.3 抑制器:阴离子抑制器。

6.5.3.4 微孔滤膜:孔径 0.2  $\mu\text{m}$ 。

6.5.3.5 检测器:电导检测器,或其他具有同样功能的检测器。

## 6.5.4 试验步骤

## 6.5.4.1 混标系列溶液的配制

用移液管按照表 2 移取一定体积的硝酸盐标准溶液和硫酸盐标准溶液,配制成一组混标溶液,置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

表 2 混标系列溶液的配制

| 序号 | 标准溶液    | 移取体积/mL | 对应浓度/( $\mu\text{g/mL}$ ) |
|----|---------|---------|---------------------------|
| 1  | 硝酸盐标准溶液 | 0       | 0                         |
|    | 硫酸盐标准溶液 | 0       | 0                         |
| 2  | 硝酸盐标准溶液 | 1       | 20                        |
|    | 硫酸盐标准溶液 | 1       | 2                         |
| 3  | 硝酸盐标准溶液 | 2       | 40                        |
|    | 硫酸盐标准溶液 | 2       | 4                         |
| 4  | 硝酸盐标准溶液 | 3       | 60                        |
|    | 硫酸盐标准溶液 | 3       | 6                         |
| 5  | 硝酸盐标准溶液 | 4       | 80                        |
|    | 硫酸盐标准溶液 | 4       | 8                         |
| 6  | 硝酸盐标准溶液 | 5       | 100                       |
|    | 硫酸盐标准溶液 | 5       | 10                        |

## 6.5.4.2 工作曲线的绘制

将离子色谱仪调整至最佳工作状态(仪器操作条件参见附录 B),将各个混标溶液经微孔滤膜过滤后依次注入,分别以所注入的混标溶液中硫酸根离子和硝酸根离子的质量浓度( $\mu\text{g/mL}$ )为横坐标,对应的峰面积为纵坐标,绘制工作曲线。

6.5.4.3 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,移至 100 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。制得试验溶液,待测。

6.5.4.4 测定

在仪器最佳的测定条件下,将试验溶液导入仪器进行测定,根据测得的峰面积从工作曲线上查得试验溶液中硫酸根和硝酸根的质量浓度。

6.5.4.5 试验数据处理

硝酸铵的含量以质量分数  $w_2$  计,按公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{\rho_1 V \times 10^{-6}}{m} \times f_1 \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $\rho_1$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中硝酸根的质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V$ ——试验溶液体积的数值,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- $m$ ——试料质量的数值,单位为克( $\text{g}$ );
- $f_1$ ——硝酸根转换为硝酸铵的系数( $f_1 = 1.291$ )。

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算术平均值的 10%。

硫酸铵的含量以质量分数  $w_3$  计,按公式(4)计算:

$$w_3 = \frac{\rho_2 V \times 10^{-6}}{m} \times f_2 \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $\rho_2$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中的硫酸根的质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V$ ——试验溶液体积的数值,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- $m$ ——试料质量的数值,单位为克( $\text{g}$ );
- $f_2$ ——硫酸根转换为硫酸铵的系数( $f_2 = 1.375$ )。

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算术平均值的 10%。

6.6 钠(Na)、钾(K)、钙(Ca)、镁(Mg)总量的测定

6.6.1 原理

将试样稀释后导入电感耦合等离子体发射光谱仪中,测定各元素分析线的发射光强度,根据各元素的浓度与发射光强度的关系计算出试样中各金属离子的浓度,并据此计算出二硝酰胺铵水溶液中金属杂质离子总含量。

6.6.2 试剂或材料

- 6.6.2.1 盐酸溶液:1+1,用优级纯配制。
- 6.6.2.2 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.10 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
- 6.6.2.3 钾标准溶液:1 mL 溶液含钾(K)0.10 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钾标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
- 6.6.2.4 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.10 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙

标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.6.2.5 镁标准溶液:1 mL 溶液含镁(Mg)0.10 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.6.2.6 水:符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

### 6.6.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 6.6.4 试验步骤

#### 6.6.4.1 混合元素系列标准溶液配制

分别移取 10 mL 盐酸溶液置于 100 mL 容量瓶中,再按照表 3 移取一定体积的单元素标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 3 混合元素系列标准溶液配制

| 混标溶液序号 | 项目                         | 钠   | 钾   | 钙   | 镁   |
|--------|----------------------------|-----|-----|-----|-----|
| 1      | 移取的体积/mL                   | 0   | 0   | 0   | 0   |
|        | 对应的浓度/( $\mu\text{g/mL}$ ) | 0   | 0   | 0   | 0   |
| 2      | 移取的体积/mL                   | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
|        | 对应的浓度/( $\mu\text{g/mL}$ ) | 1.0 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| 3      | 移取的体积/mL                   | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 |
|        | 对应的浓度/( $\mu\text{g/mL}$ ) | 2.0 | 2.0 | 2.0 | 2.0 |
| 4      | 移取的体积/mL                   | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 |
|        | 对应的浓度/( $\mu\text{g/mL}$ ) | 3.0 | 3.0 | 3.0 | 3.0 |
| 5      | 移取的体积/mL                   | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 |
|        | 对应的浓度/( $\mu\text{g/mL}$ ) | 5.0 | 5.0 | 5.0 | 5.0 |

#### 6.6.4.2 工作曲线的绘制

开启电感耦合等离子体光谱仪,调整仪器参数,在仪器最佳的测定条件下,选取合适的谱线(参见附录 C),按浓度由低至高的顺序对混合元素系列标准溶液进行测定,以各元素的质量浓度为横坐标,以谱线强度为纵坐标,绘制工作曲线。

#### 6.6.4.3 试验溶液的制备

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,得到试验溶液,待测。

#### 6.6.4.4 测定

在仪器最佳的测定条件下,将试验溶液导入仪器进行测定,从工作曲线查得对应元素的质量浓度。若试验溶液中元素质量浓度超出工作曲线范围,应进一步稀释(保持溶液前后酸度一致),使其满足曲线范围的要求。



6.6.5 试验数据处理

待测元素含量以质量分数  $w_s$  计,数值以 mg/kg 表示,按公式(5)计算:

$$w_s = \frac{\rho_s V_1 \times 10^{-3} \times k}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (5)$$

式中:  
 $\rho_s$  ——从工作曲线上查出的试验溶液中的待测元素的质量浓度的数值,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );  
 $V_1$  ——试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);  
 $k$  ——试验溶液的稀释倍数,若溶液未稀释则数值为 1;  
 $m$  ——试料质量的数值,单位为克(g)。

钠(Na)、钾(K)、钙(Ca)、镁(Mg)总量以质量分数  $w_4$  计,数值以 mg/kg 表示,按公式(6)计算:

$$w_4 = w_{\text{Na}} + w_{\text{K}} + w_{\text{Ca}} + w_{\text{Mg}} \dots\dots\dots (6)$$

式中:  
 $w_{\text{Na}}$  ——由公式(5)计算得到的钠元素的含量的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);  
 $w_{\text{K}}$  ——由公式(5)计算得到的钾元素的含量的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);  
 $w_{\text{Ca}}$  ——由公式(5)计算得到的钙元素的含量的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);  
 $w_{\text{Mg}}$  ——由公式(5)计算得到的镁元素的含量的数值,单位为毫克每千克(mg/kg)。

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 10 mg/kg。

6.7 颗粒物含量的测定

6.7.1 原理

采用过滤法,计算不溶于二硝酰胺铵水溶液的颗粒物留在孔径为 2  $\mu\text{m}$  的聚四氟乙烯过滤膜上的量。

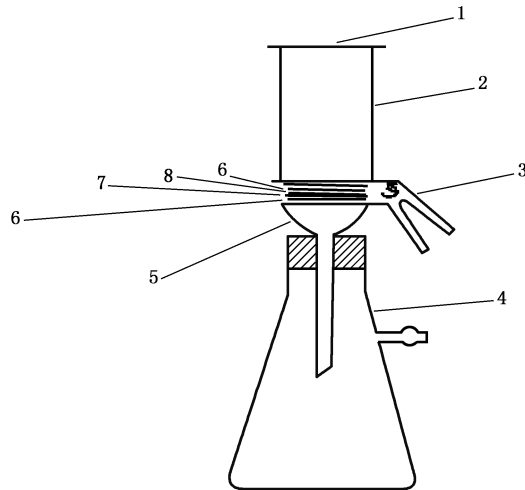
6.7.2 试剂或材料

异丙醇。

6.7.3 仪器设备

- 6.7.3.1 玻璃砂芯过滤装置:滤板孔径 40  $\mu\text{m}$ ~60  $\mu\text{m}$ ,参见图 1。
- 6.7.3.2 抽滤瓶:500 mL。
- 6.7.3.3 聚四氟乙烯微孔滤膜:孔径 1.0  $\mu\text{m}$ 、2.0  $\mu\text{m}$ ,直径为 47 mm 或类似规格的其他滤膜。
- 6.7.3.4 具塞下口瓶:100 mL。
- 6.7.3.5 电热恒温干燥箱:温度能控制在 70  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  2  $^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.7.3.6 分析天平:精度 0.01 mg。
- 6.7.3.7 培养皿。
- 6.7.3.8 镊子:端头扁平无锯齿。
- 6.7.3.9 真空泵或水泵。





说明：

- 1——聚四氟乙烯防尘盖板；
- 2——漏斗；
- 3——铝夹；
- 4——抽滤瓶；
- 5——玻璃砂芯  $40\ \mu\text{m}\sim 60\ \mu\text{m}$  漏斗座；
- 6——乙丙橡胶垫片；
- 7——聚四氟乙烯对照膜；
- 8——聚四氟乙烯试验膜。

图 1 玻璃砂芯过滤装置

#### 6.7.4 试验准备

所有玻璃容器和过滤装置应用水洗涤干净,然后用异丙醇(经孔径  $1.0\ \mu\text{m}$  滤膜过滤后的异丙醇,下同)淋洗、风干或烘干后,放在干燥器中备用。

#### 6.7.5 溶剂过滤

6.7.5.1 将一张乙丙橡胶垫片放在漏斗座的砂芯上,然后用镊子夹取一张  $1.0\ \mu\text{m}$  微孔滤膜放在垫片上,再将一张垫片放在滤膜之上,装上漏斗,并用铝夹夹紧。

6.7.5.2 用少量异丙醇浸润滤膜,并检查滤膜放置是否合适,然后接通真空系统,过滤约  $50\ \text{mL}$  异丙醇至抽滤瓶中,取下抽滤瓶,并用滤液依次冲洗滤瓶和异丙醇贮瓶,最后将冲洗液弃之。如此重复过滤,冲洗三次。

6.7.5.3 过滤所需体积的异丙醇,并将异丙醇转入贮瓶备用。

#### 6.7.6 试验步骤

6.7.6.1 用镊子夹取经异丙醇浸泡的两张孔径  $2.0\ \mu\text{m}$  的滤膜,分别放入标有“试验滤膜”和“对照滤膜”的培养皿中,置于  $70\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$  电热恒温干燥箱中烘干  $0.5\ \text{h}$ ,然后放在干燥器中冷却至室温,称量。

6.7.6.2 将一张乙丙橡胶垫片放在漏斗座的砂芯上,然后用镊子夹取“试验滤膜”和“对照滤膜”放在垫片上,试验滤膜放在对照滤膜上面,再将一张垫片放在滤膜之上,装上漏斗,并用铝夹夹紧。

6.7.6.3 用少量异丙醇浸润滤膜,检查滤膜放置的是否合适,在真空下将少量的异丙醇过滤到抽滤瓶中。

6.7.6.4 更换一个专供接收二硝酰胺水溶液试样的抽滤瓶。

- 6.7.6.5 将 100 mL 二硝酰胺铵水溶液转入具塞下口瓶中,打开螺丝夹,使二硝酰胺铵水溶液流入漏斗内。为防止尘埃进入,应用洁净的表面皿盖上漏斗。接通真空系统,开始抽滤。漏斗中的二硝酰胺铵水溶液应维持一定的液位,并适当地添加剩余二硝酰胺铵水溶液试样,直至过滤完为止。
- 6.7.6.6 更换专供接收异丙醇的抽滤瓶。
- 6.7.6.7 用异丙醇洗瓶小心地自上而下地冲洗漏斗壁,然后自边缘向其中心冲洗滤膜表面,以便将二硝酰胺铵水溶液试样中的颗粒物都集中在滤膜上。
- 6.7.6.8 拆除过滤装置,用镊子小心地取出“试验滤膜”和“对照滤膜”,并将其放入带标记的培养皿中,于 70 °C ± 2 °C 电热恒温干燥箱中烘干 0.5 h,然后放在干燥器中冷却至室温,称量。

6.7.7 试验数据处理

颗粒物含量以  $\rho$  计,数值以 mg/L 表示,按公式(7)计算:

$$\rho = \frac{(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)}{V} \times 10^3 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- $m_2$ ——试验滤膜过滤后质量数值,单位为克(g);
- $m_1$ ——试验滤膜过滤前质量数值,单位为克(g);
- $m_4$ ——对照滤膜过滤后质量数值,单位为克(g);
- $m_3$ ——对照滤膜过滤前质量数值,单位为克(g);
- $V$ ——试料体积的数值,单位为升(L)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行结果的绝对差值不大于 1 mg/L。

6.8 灼烧残渣的测定

6.8.1 原理

试样蒸发后,残渣经高温灼烧至质量恒定。

6.8.2 试剂或材料

硫酸。

6.8.3 仪器设备

- 6.8.3.1 瓷坩埚:容量 100 mL。
- 6.8.3.2 高温炉:温度能控制在 650 °C ± 50 °C。

6.8.4 试验步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,按 GB/T 23951—2009 中 8.4 规定的方法进行测定,灼烧温度控制在 650 °C ± 50 °C。

6.8.5 试验数据处理



灼烧残渣以质量分数  $w_5$  计,按公式(8)计算:

$$w_5 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- $m_2$ ——残渣和坩埚质量的数值,单位为克(g);
- $m_1$ ——坩埚质量的数值,单位为克(g);

$m$  ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行结果的绝对差值不大于 0.002%。

## 7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列规定:

- a) 要求中规定的所有指标项目为型式检验项目,正常情况下每六个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,应进行型式检验:
  - 更新关键设备和生产工艺;
  - 主要原料有变化;
  - 停产又恢复生产;
  - 与上次型式检验有较大的差异;
  - 合同规定。
- b) 要求中规定的二硝酰胺铵含量、硝酸铵含量、硫酸铵含量和金属离子总量四项指标为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 供需双方也可根据合同约定采用经验公式法(参见附录 D)进行二硝酰胺铵含量的测定。

7.3 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,每批产品不超过 500 kg。

7.4 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或塑料采样管取样。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避光带磨口塞的瓶中,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。

7.5 检验的技术指标中有某项指标不符合技术要求时,应重新自两倍量的包装中取样进行复验。复验结果中即使有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。库存产品每隔两年应进行出厂指标的检验。

7.6 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。

## 8 标志、标签

8.1 二硝酰胺铵水溶液包装桶上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本标准编号、GB 190 所规定的“氧化性物质”标签、GB/T 191—2008 第 2 章规定的“向上”标志和“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的二硝酰胺铵水溶液都应附有安全技术说明书及质量证明书。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、产品质量符合本标准的证明、本标准编号。

## 9 包装、运输、贮存

9.1 二硝酰胺铵水溶液内包装为洁净的深色不透光聚乙烯塑料桶,并确保密封,外包装为带内衬的木箱或塑料包装箱,四周衬实并避免晃动。若需特殊包装,供需双方另行协商,每桶净含量为 10 kg、25 kg 或根据客户要求。

9.2 二硝酰胺铵水溶液在运输过程中应固定牢靠,防止倾倒,不应与强氧化剂、强还原剂、强酸、强碱、易燃易爆品、食品、饲料及其添加剂混装混运,搬运时应轻装轻卸。

9.3 二硝酰胺铵水溶液应贮存于避光、通风良好、远离火源、有水源且温度为 5℃~50℃ 的库房内,防止受热和阳光暴晒。不应与强氧化剂、强还原剂、强酸、强碱、易燃易爆品混贮。

附 录 A  
(资料性附录)

二硝酰胺铵水溶液的紫外可见光谱谱图

图 A.1 给出了二硝酰胺铵水溶液的紫外可见光谱谱图。

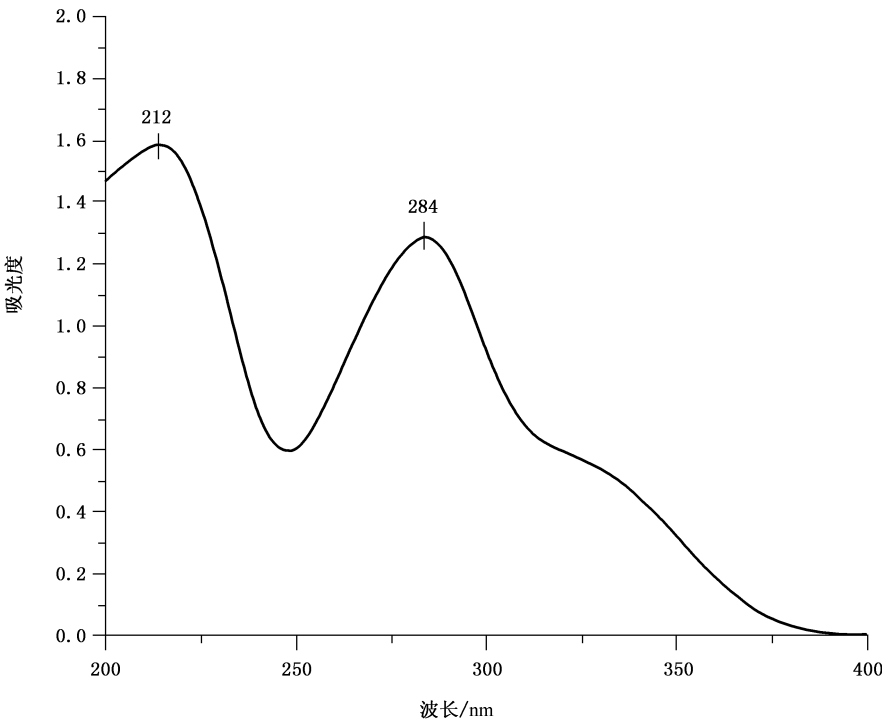


图 A.1 二硝酰胺铵水溶液紫外可见光谱谱图

附 录 B  
(资料性附录)

推荐的离子色谱操作条件

表 B.1 给出了离子色谱仪测定二硝酰胺铵水溶液中硝酸铵、硫酸铵含量的离子色谱操作条件。

表 B.1 离子色谱操作条件

| 项目    | 操作条件                                                  |
|-------|-------------------------------------------------------|
| 离子色谱柱 | AS-22 阴离子分析柱或其他功能相当的色谱柱                               |
| 淋洗液   | 碳酸钠(4.5 mmol/L)+碳酸氢钠(1.4 mmol/L)水溶液                   |
| 淋洗液流速 | 1.20 mL/min                                           |
| 柱温    | 30 ℃                                                  |
| 进样体积  | 25 μL                                                 |
| 出峰位置  | 硝酸根出峰位置为 7 min~8 min 之间,硫酸根出峰位置为 10.5 min~11.5 min 之间 |



附 录 C  
(资料性附录)

电感耦合等离子体发射光谱仪测定金属离子推荐谱线

表 C.1 给出了电感耦合等离子体发射光谱仪测定二硝酰胺铵水溶液中金属离子推荐的谱线。

表 C.1 推荐的谱线

| 金属离子 | 推荐的谱线                 |
|------|-----------------------|
| 钠    | 589.592 nm、330.237 nm |
| 钾    | 766.490 nm、404.721 nm |
| 钙    | 317.933 nm、315.887 nm |
| 镁    | 285.213 nm、279.077 nm |



## 附 录 D

(资料性附录)

## 经验公式法测定二硝酰胺铵含量

## D.1 原理

据国外研究表明:在 25 ℃条件下,二硝酰胺铵水溶液的摩尔体积与二硝酰胺铵的摩尔分数呈线性关系,并得出线性公式: $y = 56.11x + 17.98$ 。

依据此公式通过推导得到:室温下二硝酰胺铵水溶液的密度与其摩尔分数之间存在定量关系,通过测定 25 ℃二硝酰胺铵水溶液的密度,计算出溶液中二硝酰胺铵的摩尔分数,并依此计算出二硝酰胺铵的质量分数。

## D.2 仪器设备

密度计:可准确测定 25 ℃液体密度的密度计。

## D.3 试验步骤

参照 SN/T 2383 所述的方法,使用密度计测量 25 ℃时二硝酰胺铵水溶液的密度,记录。

## D.4 试验数据处理

总铵根离子的摩尔分数以  $n$  表示,按公式(D.1)计算:

$$n = \frac{17.98\rho - M_{\text{H}_2\text{O}}}{(M_{\text{ADN}} - M_{\text{H}_2\text{O}}) - 56.11\rho} \quad \dots\dots\dots (\text{D.1})$$

式中:

$\rho$  ——测定的二硝酰胺铵水溶液密度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

17.98 ——经验公式线性方程中截距的数值;

$M_{\text{H}_2\text{O}}$  ——水( $\text{H}_2\text{O}$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M = 18.01$ );

$M_{\text{ADN}}$  ——二硝酰胺铵 $[\text{NH}_4\text{N}(\text{NO}_2)_2]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M = 124.06$ );

56.11 ——经验公式线性方程中的斜率的数值。

二硝酰胺铵含量以二硝酰胺铵 $[\text{NH}_4\text{N}(\text{NO}_2)_2]$ 的质量分数  $w_1$  计,按公式(D.2)计算:

$$w_1 = \frac{M_{\text{ADN}} \times n}{M_{\text{ADN}} \times n + M_{\text{H}_2\text{O}} \times (1 - n)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{D.2})$$

式中:

$M_{\text{ADN}}$  ——二硝酰胺铵 $[\text{NH}_4\text{N}(\text{NO}_2)_2]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M = 124.06$ );

$n$  ——由公式(D.1)计算得到的总铵根离子摩尔分数,单位为摩尔每克(mol/g);

$M_{\text{H}_2\text{O}}$  ——水( $\text{H}_2\text{O}$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M = 18.01$ )。

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 0.3%。



参 考 文 献

- [1] SN/T 2383 液体化工品 密度和相对密度的测定 数字式密度计法
- 

