



中华人民共和国国家标准

GB/T 8572—2010

代替 GB/T 8572—2001

复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

Determination of total nitrogen content for compound fertilizers
titrimetric method after distillation

(ISO 5315:1984, 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

本标准是复混肥料试验方法系列标准之一,下面列出了这些系列国家标准:

- GB/T 8571—2008《复混肥料 实验室样品制备》;
- GB/T 8572—2010《复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》;
- GB/T 8573—2010《复混肥料中有效磷含量的测定》;
- GB/T 8574—2010《复混肥料中钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法》;
- GB/T 8576—2010《复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法》;
- GB/T 8577—2010《复混肥料中游离水含量的测定 卡尔·费休法》;
- GB/T 24890—2010《复混肥料中氯离子含量的测定》;
- GB/T 24891—2010《复混肥料粒度的测定》。

本标准修改采用国际标准 ISO 5315:1984《肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》。

本标准与 ISO 5315:1984 的主要差异为:

- 在无酰胺态氮的情况下硝酸态氮的还原方法由铬粉改为定氮合金;
- 氢氧化钠标准滴定浓度由 0.1 mol/L 改为 0.5 mol/L。

本标准代替 GB/T 8572—2001《复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》。

本版与前版的主要差异为:根据标准化工作的相关规则,对标准的格式进行了重新编写。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本标准负责起草单位:国家化肥质量监督检验中心(上海)、史丹利化肥有限公司。

本标准主要起草人:章明洪、朱涛、张小沁、高进华。

本标准于 1988 年首次发布,2001 年第一次修订。

复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

1 范围

本标准规定了复混肥料中总氮含量的测定方法。

本标准不适用于含有机物(除尿素、氰氨基化合物外)大于7%的复混肥料。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

GB/T 2441.1 尿素的测定方法 第1部分:总氮含量

GB/T 8571 复混肥料 实验室样品制备

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

在碱性介质中用定氮合金将硝酸态氮还原,直接蒸馏出氨或在酸性介质中还原硝酸盐成铵盐,在混合催化剂存在下,用浓硫酸消化,将有机态氮或酰胺态氮和氰氨态氮转化为铵盐,从碱性溶液中蒸馏氨。将氨吸收在过量硫酸溶液中,在甲基红-亚甲基蓝混合指示剂存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

4 试剂和材料

本标准中所用试剂、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 硫酸;
- 4.2 盐酸;
- 4.3 铬粉:细度小于 250 μm ;
- 4.4 定氮合金(Cu:50%、Al:45%、Zn:5%):细度小于 850 μm ;
- 4.5 硫酸钾;
- 4.6 五水硫酸铜;
- 4.7 混合催化剂制备:将 1 000 g 硫酸钾和 50 g 五水硫酸铜充分混合,并仔细研磨;
- 4.8 氢氧化钠溶液:400 g/L;
- 4.9 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$;
- 4.10 硫酸溶液: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5 \text{ mol/L}$ 或 $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}$;
- 4.11 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂;
- 4.12 广泛 pH 试纸;
- 4.13 硅胶。

5 仪器

- 5.1 通常实验室用仪器;
- 5.2 消化仪器:1 000 mL 圆底蒸馏烧瓶(与蒸馏仪器配套)和梨形玻璃漏斗;

5.3 蒸馏仪器:按 GB/T 2441.1 配备,或其他具有相同功效的定氮蒸馏仪器;

5.4 防爆沸颗粒或防爆沸装置:后者由一根长约 100 mm,直径约 5 mm 玻璃棒连接在一根长约 25 mm 聚乙烯管上。

5.5 消化加热装置:置于通风橱内的 1 500 W 电炉,或能在 7 min~8 min 内使 250 mL 水从常温至剧烈沸腾的其他形式热源;

5.6 蒸馏加热装置:1 000 W~1 500 W 电炉,置于升降台架上,可自由调节高度。也可使用调温电炉或能够调节供热强度的其他形式热源。

6 分析步骤

做两份试料的平行测定。

6.1 试样

按 GB/T 8571 规定制备试样。

从试样中称取总氮含量不大于 235 mg,硝酸态氮含量不大于 60 mg 的试料 0.5 g~2 g(精确至 0.000 2 g)于蒸馏烧瓶中。

6.2 试料处理与蒸馏

6.2.1 仅含铵态氮的试样

6.2.1.1 于蒸馏烧瓶中加入 300 mL 水,摇动使试料溶解,放入防爆沸物后将蒸馏烧瓶连接在蒸馏装置上。

6.2.1.2 于接受器中加入 40.0 mL 硫酸溶液 [$c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$] 或 20.0 mL 硫酸溶液 [$c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$]、4~5 滴混合指示剂,并加适量水以保证封闭气体出口,将接受器连接在蒸馏装置上。

蒸馏装置的磨口连接处应涂硅脂密封。

通过蒸馏装置的滴液漏斗加入 20 mL 氢氧化钠溶液(4.8),在溶液将流尽时加入 20 mL~30 mL 水冲洗漏斗,剩 3 mL~5 mL 水时关闭活塞。开通冷却水,同时开启加热装置(5.6),沸腾时根据泡沫产生程度调节供热强度,避免泡沫溢出或液滴带出。蒸馏出至少 150 mL 馏出液后,用 pH 试纸检查冷凝管出口的液滴,如无碱性结束蒸馏。

6.2.2 含硝酸态氮和铵态氮的试样

于蒸馏烧瓶中加入 300 mL 水,摇动使试料溶解,加入定氮合金 3 g 和防爆沸物将蒸馏烧瓶连接于蒸馏装置上。

蒸馏过程除加入 20 mL 氢氧化钠溶液(4.8)后静置 10 min 再加热外,其余步骤同 6.2.1.2。

6.2.3 含酰胺态氮、氰氨态氮和铵态氮的试样

将蒸馏烧瓶置于通风橱中,小心加入 25 mL 硫酸(4.1),插上梨形玻璃漏斗,置于加热装置(5.5)上,加热至冒硫酸白烟 15 min 后停止,待蒸馏烧瓶冷却至室温后小心加入 250 mL 水。

蒸馏过程除加入氢氧化钠溶液(4.8)为 100 mL 外,其余步骤同 6.2.1.2。

6.2.4 含有机物、酰胺态氮、氰氨态氮和铵态氮的试样

将蒸馏烧瓶置于通风橱中,加入 22 g 混合催化剂,小心加入 30 mL 硫酸(4.1),插上梨形玻璃漏斗,置于加热装置(5.5)上加热。

如泡沫很多,减少供热强度至泡沫消失,继续加热至冒硫酸白烟 60 min 后或直到溶液透明后停止。待烧瓶冷却至室温后小心加入 250 mL 水。

蒸馏过程除加入氢氧化钠溶液(4.8)为 120 mL 外,其余步骤同 6.2.1.2。

6.2.5 含硝酸态氮、酰胺态氮、氰氨态氮和铵态氮的试样

于蒸馏烧瓶中加入 35 mL 水,摇动使试料溶解,加入铬粉 1.2 g,盐酸 7 mL,静置 5 min~10 min,

插上梨形玻璃漏斗。

置蒸馏烧瓶于通风橱内的加热装置(5.5)上,加热至沸腾并泛起泡沫后 1 min,冷却至室温,小心加入 25 mL 硫酸(4.1),继续加热至冒硫酸白烟 15 min,待蒸馏烧瓶冷却至室温后小心加入 400 mL 水。

蒸馏过程除加入氢氧化钠溶液(4.8)为 100 mL 外,其余步骤同 6.2.1.2。

6.2.6 含有机物、硝酸态氮、酰胺态氮、氰氨态氮和铵态氮的试样或未知试样

于蒸馏烧瓶中加入 35 mL 水,摇动使试料溶解,加入铬粉 1.2 g,盐酸 7 mL,静置 5 min~10 min,插上梨形玻璃漏斗。

置蒸馏烧瓶于通风橱内的加热装置(5.5)上,加热至沸腾并泛起泡沫后 1 min,冷却至室温,加入 22 g 混合催化剂,小心加入 30 mL 硫酸(4.1),继续加热。

如泡沫很多,减少供热强度至泡沫消失,继续加热至冒硫酸白烟 60 min 后停止,待蒸馏烧瓶冷却至室温后小心加入 400 mL 水。

蒸馏过程除加入氢氧化钠溶液(4.8)为 120 mL 外,其余步骤同 6.2.1.2。

6.3 滴定

用氢氧化钠标准滴定溶液(4.9)返滴定过量硫酸至混合指示剂呈现灰绿色为终点。

6.4 空白试验

在测定的同时,按同样操作步骤,使用同样的试剂,但不含试料进行空白试验。

6.5 核对试验

使用新制备的含 100 mg 氮的硝酸铵,按测试试料的相同条件进行。

7 分析结果的表述

7.1 分析结果的计算

总氮(N)含量 w ,以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(V_2 - V_1)c \times 0.01401}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_2 ——空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,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数值,单位为毫升(mL);

c ——测定及空白试验时,使用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);

0.014 01——氮的毫摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

m ——试料质量的数值,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。

7.2 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.30%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.50%。