

中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB/T 17767.1—1999

前 言

本标准中硫酸-混合催化剂法非等效采用美国公职分析家协会分析方法手册(AOAC)(1984)中2.061“肥料中总氮含量的测定方法——改进的综合定氮法”;本标准中硫酸-过氧化氢氧化法非等效采用前苏联国家标准 ГОСТ 26715:1985《有机肥料总氮含量的测定方法》中的硫酸-过氧化氢氧化法。

- 本标准由中华人民共和国化学工业部提出。
- 本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口。
- 本标准起草单位:上海化工研究院。
- 本标准主要起草人:杨 一、范 宾。
- 本标准为首次发布。

有机-无机复混肥料中总氮含量的测定

GB/T 17767.1—1999

Determination of total nitrogen content for
organic-inorganic compound fertilizers

1 范围

本标准规定了有机-无机复混肥料中总氮含量的测定方法。
本标准适用于由各种有机肥料与化学肥料组成的固体有机-无机复混肥料,也适用于各种固体有机肥料的总氮含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 8571—1988 复混肥料 实验室样品制备 (neq ISO/DIS 7742.2)
GB/T 8572—1988 复混肥料中总氮含量测定 蒸馏后滴定法 (eqv ISO 5315:1984)
HG/T 2843—1997 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 原理

在酸性介质中将硝酸盐还原为铵盐,在混合催化剂或过氧化氢的存在下,用浓硫酸消化,将氮转化为硫酸铵。从碱性溶液中蒸馏出氨,并吸收在过量的硫酸标准滴定溶液中,在甲基红-亚甲基蓝混合指示液存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

4 试剂和材料

本标准所用试剂、水及溶液的配制,在未注明规格和配制方法时应符合 HG/T 2843 之规定。

- 4.1 铬粉:细度小于 250 μm 。
4.2 硫酸钾。
4.3 五水硫酸铜。
4.4 混合催化剂制备:将 1 000 g 硫酸钾和 40 g 五水硫酸铜充分混合,并仔细研磨。
4.5 硫酸。
4.6 盐酸。
4.7 30% (m/m) 过氧化氢溶液。
4.8 氢氧化钠溶液:400 g/L。
4.9 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。
4.10 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5、0.2、0.1\text{ mol/L}$ 。
4.11 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。
4.12 广泛 pH 试纸。

5 仪器

一般实验室仪器,以及:

5.1 消化仪器:1 000 mL 圆底烧瓶和梨形玻璃漏斗。

5.2 蒸馏仪器:按 GB/T 8572 配备。

5.3 防爆沸颗粒或防爆沸装置:后者由一根 100 mm×5 mm 玻璃棒连接在一根 25 mm 聚乙烯管上。

6 分析步骤

6.1 试样

按 GB/T 8571 规定制备实验室样品。若样品很难粉碎,可研磨至通过 2 mm 试验筛。

称样按 GB/T 8572 进行。

6.2 分解

可选用 6.2.1 硫酸-混合催化剂法和 6.2.2 硫酸-过氧化氢法之一。

6.2.1 硫酸-混合催化剂法

6.2.1.1 还原(如果试样中含硝酸态氮时,必须采用此步骤)

按 GB/T 8572 进行。

6.2.1.2 消化

将盛有试样的烧瓶置于通风橱内,加入 19 g 混合催化剂,小心加入 30 mL 的硫酸(4.5),插上梨形漏斗,置于预先调节至通过 7~7.5 min 沸腾试验的加热装置上加热。

如泡沫很多,减少供热强度至泡沫消失,继续加热,直到烧瓶底部清晰,再消化 75 min,冷却烧瓶至室温,小心地加入 400 mL 水,冷却。

6.2.2 硫酸-过氧化氢氧化法

向盛有试样的烧瓶中加入 20 mL 硫酸(4.5)和 5 mL 30%(m/m)过氧化氢溶液,放置过夜(约15 h)。

向烧瓶中再加入 5 mL 同样的过氧化氢溶液,瓶口插上梨形玻璃漏斗。在通风橱内的加热装置上加热 30 min(若泡沫过多,暂停加热至泡沫消失为止,再继续加热)。若溶液呈现深色,稍冷后再加入 5 mL 同样的过氧化氢溶液,继续加热 10 min,重复此步骤至溶液无色或浅色为止。冷却烧瓶至室温,小心加入 400 mL 水,冷却。

6.3 蒸馏

按 GB/T 8572 进行。

6.4 滴定

按 GB/T 8572 进行。

6.5 空白试验

在测定的同时,按同样的操作步骤,使用同样的试剂,但不含试样进行空白试验。

7 分析结果的计算及表述

7.1 计算

总氮含量(X)以氮(N)的质量百分数表示,由下式计算:

$$X = \frac{[c_1V_1 - c_2V_2 - (c_1V_3 - c_2V_4)] \times 0.01401}{m} \times 100$$

式中: c_1 ——测定及空白试验时,使用硫酸标准滴定溶液的浓度, mol/L;

c_2 ——测定及空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——测定时,使用硫酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——测定时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_3 ——空白试验时,使用硫酸标准滴定溶液的体积,mL;

V_4 ——空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL;

0.014 01——与 1.00 mL 硫酸标准滴定溶液 [$c(1/2H_2SO_4)=1.000\text{ mol/L}$]相当的以克表示的氮的质量;

m ——试料的质量,g。

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%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
有机-无机复混肥料中总氮含量的测定

GB/T 17767.1—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字

1999 年 9 月第一版 1999 年 9 月第一次印刷

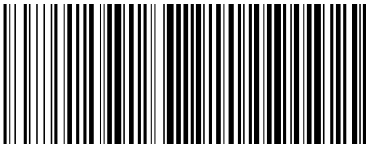
印数 1—1 200

*

书号: 155066 · 1-16153 定价 8.00 元

*

标 目 385—50



GB/T 17767.1—1999