



中华人民共和国国家标准

GB/T 17767.1—2008
代替 GB/T 17767.1—1999

有机-无机复混肥料的测定方法 第 1 部分：总氮含量

Determination of organic-inorganic compound fertilizers—
Part 1: Total nitrogen content

2008-06-17 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 17767《有机-无机复混肥料的测定方法》分为三个部分：

- 第1部分：总氮含量；
- 第2部分：总磷含量；
- 第3部分：总钾含量。

本部分是 GB/T 17767 的第1部分。

本部分与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”、前苏联国家标准 ГОСТ 26715:1985《有机肥料总氮含量的测定方法》的一致性程度为非等效。

本部分代替 GB/T 17767.1—1999《有机-无机复混肥料中总氮含量的测定》。

本版与 GB/T 17767.1—1999 的主要差异是：

- 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度由 0.1 mol/L 改为 0.5 mol/L；
- 将总氮含量的计算公式进行了改写。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口并负责解释。

本部分起草单位：国家化肥质量监督检验中心(上海)。

本部分主要起草人：范宾、刘婉卿、杨一。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17767.1—1999。

有机-无机复混肥料的测定方法

第 1 部分:总氮含量

1 范围

GB/T 17767 的本部分规定了有机-无机复混肥料中总氮含量的测定方法。

本部分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 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17767 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 8571 复混肥料 实验室样品制备

GB/T 8572 复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

HG/T 2843 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

警告——试剂中的过氧化氢具有腐蚀性和氧化性,硫酸及其溶液、盐酸和氢氧化钠溶液具有腐蚀性,相关操作应在通风橱内进行。本部分并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

本部分中所用试剂、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 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 50 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 过氧化氢;
- 4.8 氢氧化钠溶液:400 g/L;
- 4.9 硫酸溶液: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5 \text{ mol/L}$ 或 $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}$;
- 4.10 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$;
- 4.11 甲基红-亚甲基蓝混合指示液;
- 4.12 广泛 pH 试纸;
- 4.13 硅胶。

5 仪器、设备

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：如 GB/T 8572 配备；

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 规定制备实验室样品。试样制备时样品研磨至通过 1 mm 试验筛，若样品很难粉碎，可研磨至通过 2 mm 试验筛。

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(称准至 0.000 2 g)于蒸馏烧瓶中。

6.2 分解

可选用下面的硫酸-混合催化剂和硫酸-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)

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。

6.2.1.2 消化

置蒸馏烧瓶于通风橱内的加热装置(5.5)上，加入 22 g 混合催化剂，小心加入 30 mL 硫酸(4.5)，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 硫酸和 5 mL 过氧化氢，放置过夜(约 15 h)。

向烧瓶再加入 5 mL 过氧化氢，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，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

除不加试料外，须与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤，进行平行操作。

7 分析结果的表述

总氮(N)含量,以氮(N)的质量分数 w 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{c(V_2 - V_1) \times 14.01}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

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);

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);

14.01——氮的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

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。

8 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-无机复混肥料的测定方法
第1部分：总氮含量
GB/T 17767.1—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

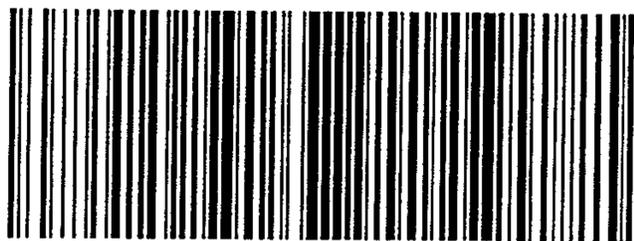
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号：155066·1-32953

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 17767.1—2008