



中华人民共和国国家标准

GB/T 10511—2008
代替 GB/T 10511—1989

硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

Determination of total nitrogen content for nitrophosphate—
Titrimetric method after distillation

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

本标准是硝酸磷肥、硝酸磷钾肥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 10511《硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》;
- GB/T 10512《硝酸磷肥中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法》;
- GB/T 10513《硝酸磷肥中游离水含量的测定 卡尔·费休法》;
- GB/T 10514《硝酸磷肥中游离水含量的测定 烘箱法》;
- GB/T 10515《硝酸磷肥粒度的测定》;
- GB/T 10516《硝酸磷肥颗粒平均抗压碎力的测定》。

本标准代替 GB/T 10511—1989《硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》。

本版与 GB/T 10511—1989 的主要差异是:

- 试剂溶液、标准滴定溶液等的配制和标定方法均执行 HG/T 2843;
- 将定氮合金还原改为仲裁法;
- 在试剂和材料一章增加了安全警示的内容。

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)归口并负责解释。

本标准起草单位:天脊煤化工集团有限公司、国家化肥质量监督检验中心(上海)。

本标准主要起草人:张家宏、王寅、李永平、郭炼红、杨一。

本标准于 1989 年首次发布。

硝酸磷肥中总氮含量的测定

蒸馏后滴定法

1 范围

本标准规定了采用蒸馏后滴定法测定硝酸磷肥、硝酸磷钾肥的总氮含量。
本标准适用于各种流程生产的硝酸磷肥、硝酸磷钾肥中总氮含量的测定。

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—2008 尿素的测定方法 第1部分:总氮含量

GB/T 6003.1 金属编织网状试验筛(GB/T 6003.1—1997,eqv ISO 3310-1:1990)

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

用定氮合金或金属铬粉将硝酸盐和亚硝酸盐还原为铵，加入过量的氢氧化钠溶液，从碱性溶液中蒸馏出氨，用过量的硫酸溶液吸收，在指示液存在下，用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

4 试剂和材料

下列的部分试剂和溶液具有腐蚀性，操作者应小心谨慎！若溅到皮肤上应立即用水冲洗或适合的方式进行处理，严重者应立即治疗。

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 定氮合金(Cu50%、Al45%、Zn5%)(细度不大于 0.85 mm)或金属铬粉(细度不大于 0.25 mm)；
- 4.2 盐酸；
- 4.3 硝酸铵:使用前应于 100℃下干燥至恒重；
- 4.4 氢氧化钠溶液:400 g/L；
- 4.5 硫酸溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)\approx 0.5\text{ mol/L}$ 或 1 mol/L；
- 4.6 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$ ；
- 4.7 甲基红-亚甲基蓝混合指示液；
- 4.8 广泛 pH 试纸。

5 仪器

- 5.1 通常实验室用仪器；
- 5.2 还原仪器:1 L 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 2441.1—2008 中图 1 所示,或其他具有相同功效的定氮蒸馏仪器；
- 5.4 防溅棒:一根长约 100 mm,直径约 5 mm 的玻璃棒,一端套一根长约 25 mm 聚乙烯管；
- 5.5 还原加热装置: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 试样的制备

经多次缩分后取约 100 g 实验室样品,迅速研磨至全部通过 1.00 mm 孔径(GB/T 6003.1 R40/3 系列)的试验筛,混匀,置于洁净、干燥的瓶中,作成分分析用。余下做粒度和颗粒平均抗压强度测定。

6.2 还原

称取 0.5 g~1.0 g 的试样(精确至 0.000 2 g)于蒸馏烧瓶中,加约 300 mL 水,摇动使试料溶解,再加入定氮合金 3 g~5 g 和防溅棒,将蒸馏烧瓶连接于蒸馏装置上。

或称取 0.5 g~1.0 g 的试样(精确至 0.000 2 g)于蒸馏烧瓶中,加约 35 mL 水,摇动使试料溶解,加入铬粉约 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还原加热装置上,加热至沸腾并泛起泡沫后 1 min,冷却至室温,小心加入 300 mL 水和防溅棒,将蒸馏烧瓶连接于蒸馏装置上。

注:以定氮合金还原为仲裁法。

6.3 蒸馏

向接收器中准确加入 40 mL 硫酸溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) \approx 0.5 \text{ mol/L} \right]$ 或 20 mL 硫酸溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) \approx 1 \text{ mol/L} \right]$ 、4 滴~5 滴混合指示液,加水至略高于接收器双连球管末端以保证封闭气体出口,将接收器连接在蒸馏装置的直形冷凝管下端。

蒸馏装置的磨口连接处应涂硅脂密封。

连接好蒸馏烧瓶,通过蒸馏装置的滴液漏斗加入 20 mL 氢氧化钠溶液(4.4)(若采用铬粉还原法,应加入 50 mL 氢氧化钠溶液),在溶液将流尽时加入 20 mL~30 mL 水冲洗漏斗,剩 5 mL~10 mL 水时关闭活塞。静置 10 min 后开通冷却水,开始加热,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,把接收器稍微移开,冷凝管下端靠在接收器壁上,用 pH 试纸测试冷凝管出口的液滴,如无碱性结束蒸馏。

6.4 滴定

用氢氧化钠标准滴定溶液(4.6)返滴定过量硫酸溶液至指示液呈灰绿色为终点。

6.5 空白试验

在测定的同时,按同样步骤,使用同样的试剂,但不含试料进行平行测定。

6.6 核对试验

使用新配制的含 100 mg 氮的硝酸铵,按测定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:

$$w = \frac{c(V_1 - V_2) \times 14.01}{m \times 1000} \times 100 = \frac{c(V_1 - V_2)}{m} \times 1.401 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——测定及空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——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_2 ——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。

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
硝酸磷肥中总氮含量的测定
蒸馏后滴定法
GB/T 10511—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: 155066·1-32960

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 10511—2008