

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1116—2014
代替 NY/T 1116—2006

肥料 硝态氮、铵态氮、酰胺态氮 含量的测定

Fertilizers—Determination of nitrate nitrogen, ammonium nitrogen,
amide nitrogen contents

2014-03-24 发布

2014-06-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准是对 NY/T 1116—2006《肥料中硝态氮含量的测定 紫外分光光度法》的修订。

本标准与 NY/T 1116—2006 的主要差异是：

- 对标准名称进行了修改；
- 增加了铵态氮含量、酰胺态氮含量测定方法；
- 增加了质量浓度的换算方法；
- 附录中增加了有机态氮含量测定方法。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：国家化肥质量监督检验中心（北京）、农业部肥料质量监督检验测试中心（杭州）。

本标准主要起草人：孙又宁、保万魁、刘蜜、钟杭、黄均明、侯晓娜。

本标准的历次版本发布情况为：

- NY/T 1116—2006。

肥料 硝态氮、铵态氮、酰胺态氮含量的测定

1 范围

本标准规定了肥料氮含量测定的紫外分光光度法、蒸馏后滴定法等试验方法。附录 A 规定了差减法测定肥料中有机态氮含量的试验方法。

本标准适用于固体或液体肥料中硝态氮、铵态氮、酰胺态氮含量的测定。本标准也适用于土壤调理剂。

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。

HG/T 3696 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备

NY/T 887 液体肥料 密度的测定

NY/T 2542 肥料 总氮含量的测定

3 硝态氮含量的测定 紫外分光光度法

3.1 原理

用盐酸溶液从试样中提取硝酸根离子,利用硝酸根发色团在紫外光区 210 nm 附近有明显吸收且吸光度大小与硝酸根离子浓度成正比特性,测定硝态氮含量。

3.2 试剂和材料

所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应按 HG/T 的 3696 规定执行。

3.2.1 盐酸溶液:1+1。

3.2.2 硝态氮标准储备溶液 $[\rho(\text{NO}_3-\text{N})=100 \text{ mg/L}]$:准确称取经 $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘至恒重的硝酸钾(KNO_3)0.7218 g 溶于水中,转移至 1 000 mL 容量瓶,用水定容。

3.3 仪器

3.3.1 通常实验室仪器。

3.3.2 紫外分光光度计,配 1 cm 石英比色皿。

3.3.3 振荡器。

3.4 分析步骤

3.4.1 试样的制备

固体样品缩分至约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 试验筛),混合均匀,置于洁净、干燥容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥容器中。

3.4.2 试样溶液的制备

称取试样 0.5 g~2 g(精确至 0.000 1 g)于 250 mL 容量瓶中,加入 25 mL 水和 25 mL 盐酸溶液(3.2.1),混合,静置至无气体放出。加入约 100 mL 水,在振荡器(3.3.3)上振荡 30 min(振荡频率以容量瓶内试样能自由翻动即可)。加水定容,混匀,干过滤,待测。

3.4.3 工作曲线的绘制

吸取硝态氮标准储备溶液(3.2.2)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL

分别加入 7 个 50 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此标准系列溶液硝态氮的质量浓度分别为 0 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、4.00 mg/L、5.00 mg/L、6.00 mg/L。在紫外分光光度计(3.3.2) 210 nm 波长处用 1 cm 石英比色皿进行比色,以 0 mg/L 的标准溶液调零,测定各标准溶液吸光度。以标准系列溶液中硝态氮的质量浓度(mg/L)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

3.4.4 测定

吸取含硝态氮 0.1 mg~0.6 mg 的试样溶液于 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。在与测定标准系列溶液相同的条件下,以空白试验溶液调零,测定试样溶液吸光度,在工作曲线上查出相应硝态氮的质量浓度(mg/L)。

3.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液。

3.5 分析结果的表述

硝态氮($\text{NO}_3\text{-N}$)含量以质量分数 ω_1 计,数值以百分率表示,按式(1)计算。

$$\omega_1 = \frac{\rho DV}{m \times 10^6} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——由工作曲线查出的试样溶液硝态氮质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

D ——测定时试样溶液的稀释倍数;

V ——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

10^6 ——将克换算成微克的系数,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

3.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.15%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

4 铵态氮含量的测定 蒸馏后滴定法

4.1 蒸馏后返滴定法

4.1.1 原理

在弱碱性条件下蒸馏,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,测定铵态氮含量。

4.1.2 试剂和材料

所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应按 HG/T 3696 规定执行。

4.1.2.1 氧化镁。

4.1.2.2 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

4.1.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

4.1.2.4 甲基红—亚甲基蓝混合指示剂:在约 50 mL 乙醇中,加入 0.10 g 甲基红、0.05 g 亚甲基蓝,溶解后,用乙醇稀释到 100 mL,混匀。

4.1.3 仪器

4.1.3.1 通常实验室仪器。

4.1.3.2 定氮蒸馏仪或具有相同功效的蒸馏装置。

4.1.4 试样的制备

固体样品缩分至约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛(如样品潮湿,可通过

1.00 mm 试验筛),混合均匀,置于洁净、干燥容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥容器中。

4.1.5 试样溶液的制备与蒸馏

称取试样约 1 g(精确至 0.000 1 g)于消化(蒸馏)管中,加入约 70 mL 水,摇动,使试料溶解。于 500 mL 锥形瓶中准确加入 50.0 mL 硫酸溶液(4.1.2.2)和 4 滴~5 滴甲基红—亚甲基蓝混合指示剂(4.1.2.4),放置锥形瓶于蒸馏仪器氨液接收托盘上。往消化(蒸馏)管中加入约 1 g 氧化镁(4.1.2.1),迅速将其与定氮蒸馏仪(4.1.3.2)蒸馏头相连接并开始蒸馏。当蒸馏液至锥形瓶 200 mL 刻度时,停止蒸馏。

4.1.6 滴定

用氢氧化钠标准滴定溶液(4.1.2.3)返滴定过量的硫酸至溶液刚呈灰绿色。

4.1.7 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液。

4.1.8 分析结果的表述

铵态氮($\text{NH}_4^+ - \text{N}$)含量以质量分数 ω_2 计,数值以百分率表示,按式(2)计算。

$$\omega_2 = \frac{(V_1 - V_2)c \times 0.01401}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_1 ——空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定试样时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——试样及空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.01401——氮的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

4.1.9 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

4.2 蒸馏后直接滴定法

4.2.1 原理

在弱碱性条件下蒸馏,将氨吸收在硼酸溶液中,在甲基红—溴甲酚绿混合指示剂存在下,用硫酸标准滴定溶液直接滴定,测定铵态氮含量。

4.2.2 试剂和材料

所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应按 HG/T 3696 规定执行。

4.2.2.1 氧化镁。

4.2.2.2 硼酸溶液: $\rho(\text{H}_3\text{BO}_3) = 20 \text{ g/L}$ 。

4.2.2.3 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

4.2.2.4 甲基红—溴甲酚绿混合指示剂:在约 50 mL 乙醇中,加入 0.07 g 甲基红、0.10 g 溴甲酚绿,溶解后,用乙醇稀释到 100 mL,混匀。

4.2.3 仪器

同 4.1.3。

4.2.4 试样的制备

同 4.1.4。

4.2.5 试样溶液的制备与蒸馏

除于 500 mL 锥形瓶中加入 50 mL 硼酸溶液(4.2.2.2)和 4 滴~5 滴甲基红—溴甲酚绿混合指示剂(4.2.2.4)外,其他同 4.1.5。

4.2.6 滴定

用硫酸标准滴定溶液(4.2.2.3)直接滴定接收液至溶液刚呈紫红色。

4.2.7 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液。

4.2.8 分析结果的表述

铵态氮(NH₄⁺-N)含量以质量分数 ω₂ 计,数值以百分率表示,按式(3)计算。

$$\omega_2 = \frac{(V_2 - V_1)c \times 0.01401}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- V₂ ——测定试样时,使用硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V₁ ——空白试验时,使用硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c ——试样及空白试验时,使用硫酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 0.01401——氮的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

4.2.9 允许差

- 平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。
- 不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

5 酰胺态氮含量的测定 差减法

酰胺态氮含量为总氮与硝态氮、铵态氮含量的差值。其中总氮含量的测定按 NY/T 2542 的规定执行,硝态氮和铵态氮含量的测定分别按 3 和 4 的规定执行。

注:本方法适用于仅含铵态氮、硝态氮和酰胺态氮三种形态氮或其中两种形态氮的样品。

6 质量浓度的换算

液体试样氮含量以质量浓度 ρ(N)计,单位为克每升(g/L)表示,按式(4)计算。

$$\rho(N) = 1000\omega\rho \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- 1000 ——将克每毫升换算为克每升的系数,单位为毫升每升(mL/L);
- ω ——试样中氮(N)的质量分数;
- ρ ——液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

结果保留到小数点后一位。

液体试样密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。

附录 A
(规范性附录)
有机态氮含量的测定 差减法

A.1 范围

附录 A 规定了肥料中有机态氮含量测定的试验方法。

附录 A 适用于经发酵降解的固体肥料。本附录也适用于固体土壤调理剂。

A.2 试剂和材料

所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应按 HG/T 3696 的规定执行。

A.2.1 硫酸。

A.2.2 混合催化剂:分别将 1 000 g 硫酸钾和 50 g 五水硫酸铜研磨,并充分混合。

A.2.3 硼酸溶液: $\rho(\text{H}_3\text{BO}_3) = 20 \text{ g/L}$ 。

A.2.4 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH}) = 400 \text{ g/L}$ 。

A.2.5 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

A.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

A.2.7 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

A.2.8 甲基红—亚甲基蓝混合指示剂:在约 50 mL 乙醇中,加入 0.10 g 甲基红、0.05 g 亚甲基蓝,溶解后,用乙醇稀释到 100 mL,混匀。

A.2.9 甲基红—溴甲酚绿混合指示剂:在约 50 mL 乙醇中,加入 0.07 g 甲基红、0.10 g 溴甲酚绿,溶解后,用乙醇稀释到 100 mL,混匀。

A.2.10 广泛 pH 试纸。

A.3 仪器

A.3.1 通常实验室仪器。

A.3.2 振荡器。

A.3.3 温度可达 400℃ 的多孔消化仪。

A.3.4 定氮蒸馏仪或具有相同功效的蒸馏装置。

A.4 试样的制备

固体样品缩分至约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 试验筛),混合均匀,置于洁净、干燥容器中;液体样品经多次摇动后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥容器中。

A.5 试样溶液的制备**A.5.1 试样溶液 A**

称取试样约 2 g (精确至 0.000 1 g)于 100 mL 容量瓶中,加入约 50 mL 水,在振荡器(A.3.2)中振

荡 15 min(振荡频率以容量瓶内试样能自由翻动即可),用水定容,干过滤,弃去最初几毫升滤液,滤液待测。吸取 20 mL 滤液于消化(蒸馏)管中,加入 2 g 混合催化剂(A. 2. 2)和 10 mL 硫酸(A. 2. 1),插上长颈玻璃漏斗,置于 380℃的消化仪(A. 3. 3)上,加热至硫酸发白烟 20 min,取下,冷却至室温后小心加入约 70 mL 水。此试样溶液用于测定氮的质量分数 ω_3 。

A. 5. 2 试样溶液 B

称取含氮不大于 235 mg 的试样 0. 2 g~2 g(精确至 0. 000 1 g)于消化(蒸馏)管中,加入 2 g 混合催化剂(A. 2. 2),小心加入 10 mL 硫酸(A. 2. 1),插上长颈玻璃漏斗,置于消化仪(A. 3. 3)上,温度设为 380℃,消化至呈清亮或灰白色后,再加热 20 min 后停止,待消化(蒸馏)管冷却至室温后小心加入约 70 mL 水。此试样溶液用于测定氮的质量分数 ω_4 。

A. 6 蒸馏与滴定

A. 6. 1 蒸馏后返滴定法

于 500 mL 锥形瓶中准确加入 50. 0 mL 硫酸溶液(A. 2. 5),以及 4 滴~5 滴甲基红—亚甲基蓝混合指示剂(A. 2. 8),放置锥形瓶于蒸馏仪器氨液接收托盘上。将盛有已制备好的试样溶液的消化(蒸馏)管分别与仪器蒸馏头相连接,加入氢氧化钠溶液(A. 2. 4),蒸馏。当蒸馏液达到 300 mL 以上时,用 pH 试纸(A. 2. 10)检查氨液输出管口的液滴,如不显示碱性则结束蒸馏。用氢氧化钠标准滴定溶液(A. 2. 6)返滴定过量的硫酸至溶液刚呈灰绿色。

A. 6. 2 蒸馏后直接滴定法

除于 500 mL 锥形瓶中加入 50 mL 硼酸溶液(A. 2. 3)和 4 滴~5 滴甲基红—溴甲酚绿混合指示剂(A. 2. 9)外,其他同 A. 6. 1。用硫酸标准滴定溶液(A. 2. 7)直接滴定接收液至溶液刚呈紫红色。

A. 7 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液。

A. 8 分析结果的表述

A. 8. 1 蒸馏后返滴定法

试样溶液 A 中氮(N)含量以质量分数 ω_3 计,数值以百分率表示,结果按式(A. 1)计算。

$$\omega_3 = \frac{(V_1 - V_2)c_1 D \times 0. 014 01}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A. 1)$$

试样溶液 B 中氮(N)含量以质量分数 ω_4 计,数值以百分率表示,结果按式(A. 2)计算。

$$\omega_4 = \frac{(V_1 - V_2)c_1 \times 0. 014 01}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A. 2)$$

式中:

- V_1 ——空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——测定试样时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c_1 ——试样及空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- D ——测定时溶液的分取倍数;
- 0. 014 01——氮的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

A. 8. 2 蒸馏后直接滴定法

试样溶液 A 中氮(N)含量以质量分数 ω_3 计,数值以百分率表示,结果按式(A. 3)计算。

$$\omega_3 = \frac{(V_3 - V_4)c_2 D \times 0.014 01}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A. 3)$$

试样溶液 B 中氮(N)含量以质量分数 ω_1 计,数值以百分率表示,结果按式 (A. 4) 计算。

$$\omega_1 = \frac{(V_3 - V_4)c_2 \times 0.014 01}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A. 4)$$

式中:

- V_3 ——测定试样时,使用硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_4 ——空白试验时,使用硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c_2 ——试样及空白试验时,使用硫酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- D ——测定时溶液的分取倍数;
- 0.014 01——氮的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

A. 8.3 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%。

A. 9 有机氮含量的计算

有机氮含量以质量分数 ω_5 计,数值以百分率表示,按式 (A. 5) 计算。

$$\omega_5 = \omega_1 - \omega_3 \dots\dots\dots (A. 5)$$

中华人民共和国
农业行业标准
肥料 硝态氮、铵态氮、酰胺态氮含量的测定
NY/T 1116—2014

* * *

中国农业出版社出版
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)
(邮政编码: 100125 网址: www.ccap.com.cn)

中国农业出版社印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

* * *

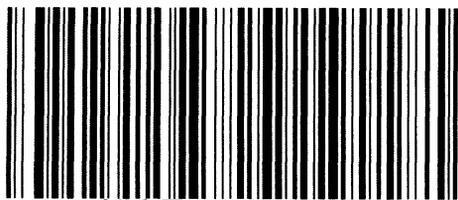
开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

2014 年 6 月第 1 版 2014 年 6 月北京第 1 次印刷

书号: 16109·3124

定价: 18.00 元

版权专有 侵权必究
举报电话: (010) 65005894



NY/T 1116—2014