

前 言

本标准等效采用 ISO 5314:1981《肥料中氨态氮含量的测定—蒸馏后滴定法》。

本标准根据我国标准的格式对 ISO 5314:1981 标准稍作编辑性修改:删去了 ISO 5314:1981 中第 2 章参考资料和第 8 章试验报告,增加了标准“前言”和第 2 章“引用标准”。

本标准与 ISO 5314:1981 标准技术上的差异:

- a. 在“ISO 前言”前增加了标准“前言”。
- b. 第 1 章“范围”规定也可适用于相应的工业产品。
- c. 增加了第 2 章“引用标准”。
- d. 第 4 章“试验方法”中规定了所用的试剂、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。
- e. 在 4.1 试剂中指示剂采用甲基红-亚甲基蓝混合指示液一种,删去了甲基红指示液。
- f. 在 4.2.1 蒸馏仪器中冷凝管由 7 个球泡阿里因式冷凝管改为直管式冷凝管;接收器(锥形瓶)改为双连球吸收瓶。
- g. 本标准将 ISO 5314:1981 中 7.2“精密度”更改为 4.4.2“允许差”。
- h. 本标准 4.4.2“允许差”规定平行测定的绝对差值不大于 0.06%;而 ISO 5314:1981 中 7.2“精密度”中平行测定的绝对差值不大于 0.03%。

本标准与 GB/T 3595—1983《肥料中氨态氮含量的测定 蒸馏后滴定法》的内容差异:

- a. 修改了标准的“前言”。
- b. 在标准的“前言”后增加了“ISO 前言”。
- c. 增加了第 2 章“引用标准”。
- d. 第 4 章“试验方法”中规定了所用的试剂、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。
- e. 在 4.1 试剂中指示剂采用甲基红-亚甲基蓝混合指示液一种,删去了甲基红指示液。
- f. 删去了 GB/T 3595—1983 中 4.1“蒸馏仪器”,规定也可采用 ISO 3330:1975 的蒸馏仪器。
- g. 在 4.2.1 蒸馏仪器中冷凝管由 7 个球泡阿里因式冷凝管改为直管式冷凝管;接收器(锥形瓶)改为双连球吸收瓶。
- h. 删去了原标准的“附录 A”。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 3595—1983。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

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。

本标准起草人:朱 涛。

本标准于 1983 年首次发布。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是国际标准化组织(ISO 成员体)的世界性联合会,ISO 技术委员会承担着国际标准的制订工作,某个成员体可以代表技术委员会组织制订标准,与 ISO 有协作关系的国际性组织、政府、非政府组织也可以参加。

被技术委员会采纳的草案国际标准要经成员体同意后方可被 ISO 委员会确认为国际标准。

本标准由技术委员会 ISO/TC 134 肥料及土壤调理剂制订,并于 1978 年 3 月向各成员体发布。以下国家的成员体投赞成票:

澳大利亚、巴西、加拿大、前捷克斯洛伐克、埃及、法国、德国 F. R.、匈牙利、印度、伊朗、爱尔兰、以色列、意大利、肯尼亚、墨西哥、荷兰、新西兰、挪威、菲律宾、波兰、葡萄牙、罗马尼亚、南非、西班牙、泰国、土耳其、英国、前苏联、委内瑞拉、南斯拉夫。

无成员体投反对票。

中华人民共和国国家标准

肥料中氨态氮含量的测定 蒸馏后滴定法

GB/T 3595—2000
eqv ISO 3514:1981

代替 GB/T 3595—1983

Fertilizers—Determination of ammoniacal nitrogen
content—Titrimetric method after distillation

1 范围

本标准规定了蒸馏后滴定法测定肥料中氨态氮含量的方法。

本标准适用于只有在试样中不含有尿素或其衍生物、氰胺化物以及有机含氮化合物时,方可应用,也可适用于相应的工业产品。

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。

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 方法提要

从碱性溶液中蒸馏出氨,用过量硫酸标准溶液吸收,以甲基红-亚甲基蓝混合指示液为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量硫酸。

4 试验方法

本标准所用的试剂、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 试剂

- 4.1.1 硫酸铵:优级纯,在 105℃干燥至恒重。
- 4.1.2 盐酸:1+1 溶液。
- 4.1.3 氢氧化钠:400 g/L 溶液。
- 4.1.4 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.2\text{ mol/L}$ 。
- 4.1.5 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.2\text{ mol/L}$ 。
- 4.1.6 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。
- 4.1.7 广范 pH 试纸。
- 4.1.8 真空硅胶。

4.2 仪器

一般试验室仪器和

4.2.1 蒸馏仪器

最好用带标准磨口的成套仪器或能保证定量蒸馏和吸收的任何仪器。

蒸馏仪器的各部件用橡皮塞和橡皮管连接,或是采用球形磨砂玻璃接头,为保证系统密封,球形玻

璃接头应用弹簧夹子夹紧。

本标准推荐的蒸馏仪器如图 1 所示,包括以下各部分:

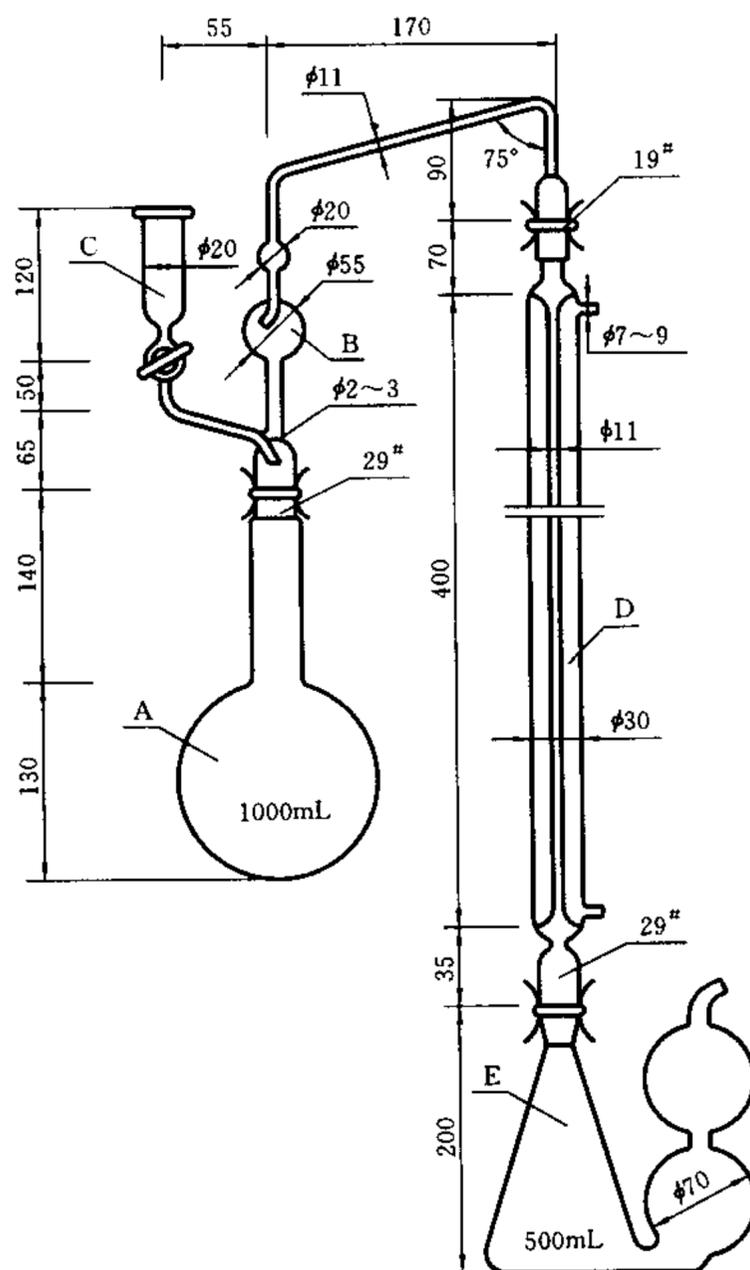
A 蒸馏烧瓶,1 000 mL,带 29 号内接标准磨口;

B 防溅球管,与蒸馏烧瓶连接的一端带 29 号外接标准磨口,与冷凝管连接的一端带 19 号外接标准磨口;

C 滴液漏斗,容量为 50 mL;

D 冷凝器,有效长度约 400 mm,进口为 19 号内接标准磨口,出口为带 29 号外接标准磨口;

E 吸收瓶,500 mL,瓶口为带 29 号内接标准磨口,瓶侧连接双连球。



A—蒸馏烧瓶;B—防溅球管;C—滴液漏斗;D—冷凝管;E—吸收瓶

图 1 蒸馏仪器图

4.2.2 固定装置用的铁架台与弹簧夹。

4.2.3 防爆沸石或防爆管(由一根 100 mm×5 mm 玻璃棒,连接在一根 25 mm 聚乙烯管上)。

4.2.4 机械振荡器。

4.3 分析步骤

4.3.1 试样

称取约 10 g 试样,精确至 0.001 g,移入 500 mL 量瓶中。

4.3.2 试液的制备

4.3.2.1 可溶于水的产品

加入约 400 mL 20℃ 水到试样(4.3.1)中,用机械振荡器(4.2.4)将量瓶连续振荡 30 min。

4.3.2.2 含有可能保留有氨的水不溶物的产品

加入 50 mL 水和 20 mL 盐酸溶液(4.1.2)至试样(4.3.1)中,混合量瓶中的内容物,静止至停止释出二氧化碳为止,加水约 400 mL 水,用机械振荡器将量瓶连续振荡 30 min。

注:上述手续是提取全部氨态氮,试样并不需要完全溶解。

4.3.3 测定

4.3.3.1 蒸馏

用水稀释到量瓶刻度,混匀。用中速定量滤纸干过滤于烧杯中,弃去最初滤出的 50 mL 滤液,然后用吸液管吸取一份滤液移入蒸馏烧瓶(4.2.1A)中,该份滤液应含 25 mg~100 mg 氨态氮,最好含 75 mg~100 mg。加入约 350 mL 水和几粒防爆沸石或防爆管(4.2.3)于蒸馏烧瓶。

用单标线吸液管移取 50.0 mL 硫酸标准滴定溶液(4.1.4)于吸收瓶(4.2.1E)中,加水,使溶液能封住双连球与瓶接口并加 4~5 滴指示剂溶液(4.1.6)。

用硅脂涂抹仪器接口,按蒸馏装置图安装仪器,并确保仪器所有部分密封。

通过滴液漏斗(4.2.1C)往蒸馏瓶中注入 15 mL 氢氧化钠溶液(4.1.3),如在溶解试样时(见 4.3.2.2)已加入 20 mL 盐酸溶液(4.1.2),此时应加入 25 mL 氢氧化钠溶液(4.1.3)。注意滴液漏斗中要留有 2 mL 溶液,用水稀释至 15 mL~20 mL。

加热蒸馏,直至吸收瓶中的蒸馏液收集量达到 250 mL 时,把吸收瓶稍微移开,用广范 pH 试纸(4.1.7)试验随后的蒸馏液为中性,以确保全部氨完全蒸出,停止加热,打开滴液漏斗,拆下防溅球管(4.2.1B),用水冲洗冷凝管(4.2.1D),并将洗涤液收集在吸收瓶中,拆下吸收瓶。

4.3.3.2 滴定

将吸收瓶中溶液混匀,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.1.5)回滴过量的硫酸标准滴定溶液,直至指示剂呈灰绿色。

4.3.4 空白试验

在测定的同时,除不加试样外,按测定完全相同的分析步骤、试剂和用量进行平行操作。

4.3.5 核对试验

使用新鲜制备的含 100 mg 氮的硫酸铵(4.1.1),定期核对蒸馏仪器的效率和测定方法的准确度。核对试验应采用和测定试样及空白试验相同的条件,并使用同一指示剂。

4.4 分析结果的表述

4.4.1 计算

氨态氮含量,以氮(N)质量百分数 X 表示,按式(1)计算:

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

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——测定试样所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——测定空白所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

0.01401——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 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为测定结果。

4.4.2 允许差

平行测定的绝对差值不大于 0.06%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.08%。