



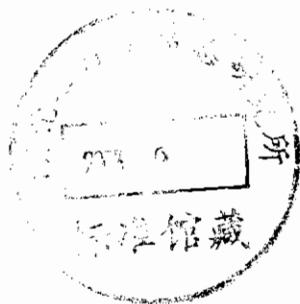
中华人民共和国国家标准

GB/T 3597—2002
代替 GB/T 3597—1983

肥料中硝态氮含量的测定 氮试剂重量法

Fertilizer—Determination of nitrate nitrogen content—
Nitron gravimetric method

(ISO 4176:1981, Fertilizers—Determination of nitrate nitrogen content—
Nitron gravimetric method, MOD)



2002-09-24 发布

2003-04-01 实施



中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 3597—1983《肥料中硝态氮含量的测定 氮试剂重量法》的修订。

本标准与国际标准 ISO 4176:1981《肥料中硝态氮含量的测定 氮试剂重量法》的一致性程度为修改采用,主要差异如下:

- 按照我国标准的结构和编写规则对 ISO 4176:1981 的一些编排格式进行了修改;
- 将一些适用于国际标准的表述改为适用于我国标准的表述;
- 根据我国国情与 ISO 4176:1981 在测定步骤上略有技术性差异;
- 将 ISO 4176:1981 中第 2 章“参考资料”和第 10 章“试验报告”删掉;
- 将 ISO 4176:1981 中第 9 章“精密度”内有关统计资料来源的说明列于脚注中。

本标准按 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第 1 部分:标准的结构和编写规则》对前版标准的编排格式进行了修改。

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归口并负责解释。

本标准由上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人:范宾、孙秀红。

本标准于 1983 年首次发布。

肥料中硝态氮含量的测定 氮试剂重量法

1 范围

本标准规定了肥料中硝态氮含量的测定方法氮试剂重量法。

本标准适用于各种肥料。

注：当9倍于氮含量的过量氯化物存在时，结果将偏高0.4%。

2 规范性引用文件

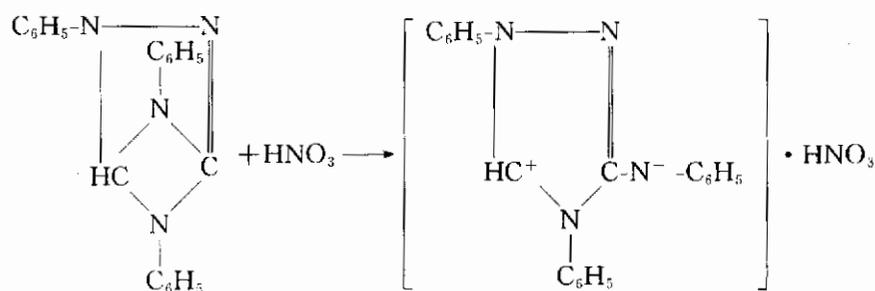
下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 原理

在酸性溶液中，硝酸根离子与氮试剂作用，生成复合物而沉淀，过滤、洗涤、干燥和称量所得沉淀，计算硝态氮含量。

4 反应式



5 试剂和材料

- 5.1 本标准中所用试剂、水和溶液的配制，在未注明规格和配制方法时，均应符合 HG/T 2843 中规定；
- 5.2 乙酸溶液的质量分数：28.5%。用水将 285 mL 冰乙酸稀释至 1 000 mL；
- 5.3 硫酸溶液：1+3；
- 5.4 氮试剂（硝酸灵）溶液：100 g/L。

6 仪器

- 6.1 通常实验室用仪器；
- 6.2 玻璃坩埚式滤器：4号，30 mL；
- 6.3 干燥箱：能维持 110℃±2℃ 的温度；

6.4 振荡器:往复式振荡器或回旋式振荡器;

6.5 冰浴:能保持 0℃~0.5℃ 的温度。

7 分析步骤

7.1 试样

称取 2 g~5 g 试样(称准至 0.001 g)至 500 mL 量瓶中。

7.2 试样溶液的制备

7.2.1 可溶于水的产品

加入约 400 mL 20℃ 的水于试料中,用振荡器将量瓶连续振动 30 min,用水稀释至刻度,混匀。

7.2.2 含有可能保留有硝酸盐的水不溶物的产品

加入 50 mL 水和 50 mL 乙酸溶液至试料中,混合量瓶中的内容物,静置至停止释出二氧化碳为止,加入约 300 mL 20℃ 的水,用振荡器将量瓶连续振动 30 min,用水稀释至刻度,混匀。

7.3 测定

7.3.1 过滤

用中速滤纸干过滤试样溶液于清洁和干燥的锥形瓶中,弃去最初滤出的 50 mL 滤液,准确吸取一定量的含有 11 mg~23 mg 硝态氮的滤液(最好是 17 mg)置于 250 mL 烧杯中,用水稀释至 100 mL。

7.3.2 沉淀

加入 10~12 滴硫酸溶液,使溶液 pH 为 1~1.5,迅速加热至沸点,但不允许溶液沸腾,立即从热源移开,检查是否有硫酸钙沉淀,若有时,可加几滴硫酸溶液溶解,一次加入 10 mL~12 mL 氮试剂溶液,置烧杯于冰浴中,搅拌内容物 2 min,在冰浴中放置 2 h,经常添加足够的冰块至冰浴中,以保证内容物的温度保持在 0℃~0.5℃。

注 1: 尿素和尿醛的缩聚物在沸酸中会分解。

注 2: 温度低于 0℃,将导致结果偏高,而温度高于 0.5℃,则导致结果偏低。

用预先在 110℃±2℃ 干燥箱内干燥至恒重(称准至 0.001)的玻璃坩埚式滤器过滤,滤器应预先在冰浴中冷却,用滤液将残留的微量沉淀从烧杯转移至滤器中,最后用 0℃~0.5℃ 的 10 mL~12 mL 的水洗涤沉淀,将滤器连同沉淀置于 110℃±2℃ 的干燥箱中,干燥 1 h。置于干燥器中冷却、称量,直至恒重。

7.4 空白试验

取 100 mL 水,如用乙酸溶液溶解试料时,则应取与测定时吸取试液中所含相同量的乙酸溶液,用水稀释至 100 mL,按照上述 7.3.2 手续进行,所得沉淀的质量不应超过 1 mg,若超过,须用新的氮试剂,重复空白试验,已知陈旧的氮试剂会使空白试验结果偏高。

8 分析结果的表述

硝态氮含量以质量分数 $W(\%)$ 表示,按式(1)计算:

$$W = \frac{(m_1 - m_2) \times 14.01/375.3}{m_0 \times V/500} \times 100 = \frac{1.866 \times (m_1 - m_2)}{m_0 V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——沉淀的质量,单位为克(g);

m_2 ——空白试验时所得沉淀的质量,单位为克(g);

14.01——氮的原子量;

375.3——氮试剂硝酸盐复合物的分子量;

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V ——吸取试样溶液体积,单位为毫升(mL.);

500——试样溶液总体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

9 精密度¹⁾

9.1 重复性

相同的试样在同一条件下(在同一个操作者、同一个试验室同时进行的分析),用该方法连续测定的结果的差异,如果大于平均值的0.4%时,测定结果将予以怀疑。

9.2 再现性

相同的试样在不同的条件下(不同的操作者、不同的试验室、不同的装置和不同的时间),用本方法测得的个别分析结果,差异大于这些数据平均值的1.8%时,该分析结果将予以怀疑。

1) 精密度的统计资料来自7个国家实验室30个组的分析结果。