



# 中华人民共和国国家标准

GB 3597—83≈ISO 4176—81

---

## 肥料中硝态氮含量的测定 氮试剂重量法

**Fertilizers—Determination of nitrate nitrogen  
content—Nitron gravimetric method**

1983-04-11 发布

1984-02-01 实施

---

国家标准局 批准

肥料中硝态氮含量的测定  
氮试剂重量法

Fertilizers—Determination of nitrate nitrogen  
content—Nitron gravimetric method

前 言

本标准等效采用 ISO 4176—81《肥料中硝态氮含量的测定 氮试剂重量法》。

本标准根据我国标准的格式对 ISO 4176—81 稍作编辑性修改。将 ISO 4176—81 中第 9 章“精密程度”内有关统计资料来源的说明列于“\*”注中，删略 ISO 4176—81 中第 2 章“参考资料”和第 10 章“试验报告”。增加我国试剂标准的编号、我国玻璃过滤坩埚的规格和附录。

本标准根据我国国情与 ISO 4176—81 在测定手续上略有技术性差异，内容见 5.1、5.2、5.3、6.1 的“\*”注。

1 适用范围

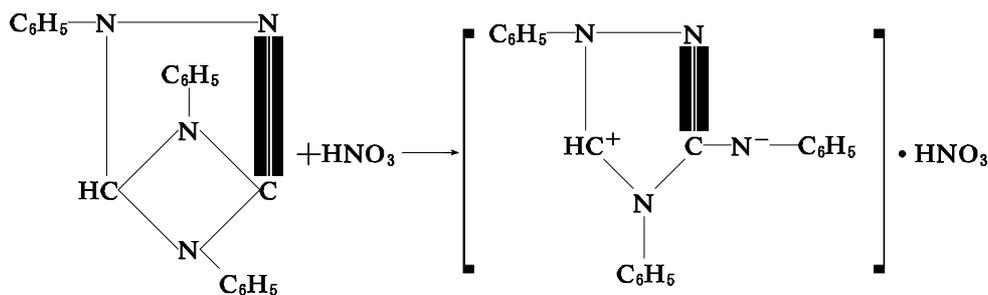
本标准规定用氮试剂重量法测定肥料中硝态氮含量。该法适于作为一个参照方法，并能用于所有的肥料。

注：当有 9 倍于氮含量的过量氯化物存在时，结果将偏高 0.4%。

2 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，将沉淀过滤、干燥和称重。

3 反应式



4 试剂和溶液

在测定过程中，只能使用公认的分析试剂和蒸馏水，或纯度相同的水。

- 4.1 冰乙酸(GB 676—78), 28.5%(V/V)溶液, 配法如下: 用水稀释 285 毫升冰乙酸至 1000 毫升。
- 4.2 硫酸(GB 625—77), 1+3 溶液, 配法如下: 1 体积硫酸加至 3 体积水中。
- 4.3 氮试剂(硝酸灵), 100 克/升溶液, 配法如下: 溶解 10 克氮试剂于 95 毫升水和 5 毫升冰乙酸的

混合液中,干滤,贮于棕色瓶内。

须用新配制的试剂,以免空白试验结果偏高。

## 5 仪器

实验室常用仪器和

- 5.1\* 单刻度容量瓶,容量 500 毫升。
- 5.2\* 单刻度移液管,容量范围为 5~50 毫升。
- 5.3 玻璃过滤坩埚,孔径 4~16 毫米(或 4 号玻璃过滤坩埚\*)。
- 5.4 干燥箱,能保持  $110\pm 2$  °C 的温度。
- 5.5 烧瓶机械振动器,能旋转或往复的运动。
- 5.6 冰浴,能保持  $0\sim 0.5$  °C 的温度。

## 6 测定手续

### 6.1\* 试样

称取 2~5 克试样,称准至 0.001 克,移入 500 毫升容量瓶(5.1)中。

### 6.2 试液的制备

#### 6.2.1 可溶于水的产品

加入约 400 毫升 20°C 的水于试样(6.1)中,用烧瓶机械振动器(5.5)将瓶连续振动 30 分钟,用水稀释至刻度,混匀。

#### 6.2.2 含有可能保留有硝酸盐的水不溶物的产品

加入 50 毫升水和 50 毫升乙酸溶液(4.1)至试样(6.1)中,混合容量瓶中的内容物,静置至停止释出二氧化碳为止,加入约 300 毫升 20°C 的水,用烧瓶机械振动器(5.5)将瓶连续振动 30 分钟,用水稀释至刻度,混匀。

### 6.3 测定

6.3.1 用中速滤纸干滤试液(6.2)于清洁和干燥锥形瓶中,弃去初滤出的 50 毫升滤液,用移液管(5.2)吸取  $V$  毫升滤液(含 11~23 毫克,最好是 17 毫克的硝态氮),移于 250 毫升烧杯中,用水稀释至 100 毫升。

6.3.2 加入 10~12 滴硫酸溶液(4.2),使溶液 pH 为 1~1.5,迅速加热至沸点,但不允许溶液沸腾<sup>①</sup>,立即从热源移开,检查有否硫酸钙沉淀,若有时,可加几滴硫酸溶液溶解之,一次加入 10~12 毫升氨试剂溶液(4.3),置烧杯于冰浴(5.6)中,搅拌内容物 2 分钟,在冰浴中放置 2 小时,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  $0\sim 0.5$  °C<sup>②</sup>。

注:① 尿素和尿醛的缩聚物在沸酸中会分解。

② 温度低于 0°C,将导致偏高的结果,而温度高于 0.5°C,则导致偏低的结果。

应用抽滤法定量地收集沉淀于已恒重(称准至 0.001 克)的玻璃过滤坩埚(5.3)中,坩埚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坩埚中,最后用  $0\sim 0.5$  °C 的 10~12 毫升的水洗涤沉淀,将坩埚连同沉淀置于  $110\pm 2$  °C 的干燥箱(5.4)中,干燥 1 小时。移于干燥器中冷却,称量,重复干燥、冷却和称量,直至连续二次称量,差别不大于 0.001 克为止。

6.3.3 空白试验:取 100 毫升水,如用乙酸溶液溶解试样时,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 毫升,按照上述手续(6.3.2)进行,所得沉淀的质量不应超过 1 毫克,假如超过,须用新试剂,重复空白试验,已知陈旧的试剂会使空白试验结果偏高。

\*1) 5.1 和 5.2 仪器不写明国际标准的等级要求。

2) ISO 4176—81 第 7.1 条规定称取约 5 克试样,本标准 6.1 修改为称取 2~5 克。

3) 5.3 采用我国玻璃坩埚的型号。

## 7 结果的表示

硝态氮含量( $W$ )以氮(N)质量百分数表示,按下式计算:

$$W = \frac{m_1 \times \frac{14.01}{375.3}}{m_0 \times \frac{V}{500}} \times 100 = \frac{1866 \times m_1}{m_0 \times V}$$

式中:  $V$ ——测定时吸取试液的体积,毫升;

$m_0$ ——试样的质量,克;

$m_1$ ——沉淀的质量,克;

14.01——氮的原子量;

375.3——氮试剂硝酸盐复合物的分子量。

## 8 精密度\*

### 8.1 重复性

相同的试样在同等的条件下(在同一个操作者,同一个实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。

### 8.2 再现性

相同的试样在不同的条件下(不同的操作者、不同的实验室、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。

---

\* 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。

附 录 A  
本标准一般说明  
(补充件)

- A.1 标准中使用的计量仪器,如天平、砝码、容量瓶、滴定管、移液管等应校正后使用。
- A.2 标准中使用的水,除特别说明外,均用蒸馏水或去离子水。
- A.3 标准中使用的试剂,除特别注明外,均为化学纯以上试剂。
- A.4 标准中所用酸或氨水液体试剂,只写试剂名称时,系指该试剂标准规定浓度的试剂(即浓酸、浓氨水),例如硫酸系指 95~98%硫酸,氨水系指 25~28%氨水。
- A.5 标准中用液体试剂配制的水溶液,以试剂的体积加水的体积表示时,例如 1+3 硫酸,系指 1 体积硫酸和 3 体积水配成。
- A.6 标准中用固体试剂配制的百分浓度溶液,系指 100 毫升溶液中含有溶质的克数。
- A.7 标准中“测定手续”中所提及的仪器或试剂和溶液,均使用“仪器”或“试剂和溶液”中所规定的规格。
- A.8 空白试验,除不加试样外,操作手续、所用试剂和试剂用量均与测定时相同。

---

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出,由化学工业部上海化工研究院归口。

本标准由化学工业部上海化工研究院、化学工业部化肥研究所负责起草。

本标准主要起草人赵育为、徐德辇。