

UDC 631.85
G 20
G 21



中华人民共和国国家标准

GB 10511—89

硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

The determination of total nitrogen content for
nitrophosphate titrimetric method after distillation

1989-03-22 发布

1989-12-01 实施

国家技术监督局 发布

硝酸磷肥中总氮含量的测定
蒸馏后滴定法

UDC 631.85
: 543.24
: 546.17
GB 10511—89

The determination of total nitrogen content for
nitrophosphate titrimetric method after distillation

本标准等效采用 ISO 5315《肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定用蒸馏后滴定法测定硝酸磷肥中总氮含量。
本标准适用于各种流程生产的硝酸磷肥中总氮含量的测定。

2 引用标准

GB 601 滴定分析用标准溶液的制备
JJG 196 玻璃仪器计量检定规程

3 原理

在酸性介质中,用金属铬粉或定氮合金将硝酸盐和亚硝酸盐还原为铵,再加过量的氢氧化钠溶液碱化,蒸馏出来的氨被一定体积的硫酸标准溶液吸收,在指示剂存在下,用氢氧化钠标准溶液滴定过量的酸。

4 试剂和溶液

分析中,除非另有说明,限用分析纯试剂、蒸馏水或相当纯度的水。

- 4.1 金属铬:粉末,粒度 $\leq 250\ \mu\text{m}$,或定氮合金(A145%-Cu50%-Zn5%),粒度 $\leq 200\sim 300\ \mu\text{m}$ 。
- 4.2 硫酸(GB 625): $\rho=1.84\ \text{g/mL}$ 。
- 4.3 氢氧化钠(GB 629):400 g/L 的溶液。
- 4.4 盐酸(GB 622): $\rho=1.18\ \text{g/mL}$ 。
- 4.5 硝酸铵(GB 659)或硫酸铵(GB 1396):优级纯,于 100℃ 下干燥至恒重。
- 4.6 硫酸标准溶液: $c_1(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.50, 0.20, 0.10\ \text{mol/L}$,按 GB 601 配制与标定。
- 4.7 氢氧化钠标准溶液: $c_2(\text{NaOH})=0.1\ \text{mol/L}$,按 GB 601 配制与标定。
- 4.8 广范 pH 试纸。
- 4.9 甲基红、亚甲基蓝混合指示剂溶液:50 mL、2 g/L 甲基红乙醇溶液(4.10),同 50 mL、1 g/L 亚甲基蓝乙醇溶液混合。
- 4.10 甲基红乙醇指示剂溶液:溶解 0.1 g 甲基红于 50 mL、95%(V/V)乙醇中。

5 仪器

通常实验室用仪器及以下仪器。

5.1 还原仪器:一个基耶达烧瓶(1 000 mL 圆底、长颈烧瓶)和一个梨形空心玻璃塞。

5.2 蒸馏仪器:仪器示图如图 1。包括:单球防溅球管;预端开口的、容积 100 mL 圆筒形滴液漏斗;阿里因(Allihn)式带有七只容积 100 mL 扩大球泡的冷凝管(或其他形式等效率冷凝管),出口带有导管;接受器、容积 500 mL 锥形瓶。

5.3 防爆沸颗粒或防爆沸装置:后者由一根长 10 mm 直径 5 mm 玻璃棒连接在一根长 25 mm 聚乙烯管上。

5.4 滴定管:50 mL、二支,符合 JJG 196,A 级。

6 分析步骤

6.1 还原

称取约 0.5~1.0 g 试样于烧瓶中,精确到 0.001 g,加水使总体积为 35 mL,静置 10 min,时而缓慢摇动,以保证所有硝酸盐溶解。加 1.5~2.0 g 铬粉,10 mL 盐酸,在室温下至少静置 5 min,但不超过 10 min。将烧瓶置于通风橱内的加热装置上(加热装置提供的热能应能使 250 mL 水在 7~7.5 min 内加热至激烈沸腾),加热 4.5 min,冷却,然后进行 6.2 操作。

或称取约 0.5~1.0 g 试样于烧瓶中,准确到 0.001 g,加 200 mL 蒸馏水,定氮合金 3~5 g,然后进行 6.2 操作。

注:以铬粉还原为第一法,以定氮合金还原为第二法。

6.2 蒸馏

在烧瓶中放几粒防爆沸颗粒或设防爆沸装置。采用防爆沸装置时,用聚乙烯一端接触烧瓶底部。

根据试样预计的氮含量,取下表中一种硫酸标准溶液的合适体积于接受器中,加 4~5 滴指示剂(4.9),装上接受器,导管的末端应插入硫酸标准溶液中。若溶液量少,可在接受器中加适量水。

按蒸馏仪器示图安装。至少注入 50 mL 氢氧化钠溶液于圆筒形滴液漏斗中,小心地将溶液放入蒸馏瓶中,关闭活塞,保留约 2 mL 溶液在滴液漏斗中。开启冷却水,加热烧瓶使内容物沸腾,逐渐增加加热速度,使内容物达到激烈沸腾。在蒸馏期间,烧瓶内容物应保持碱性。

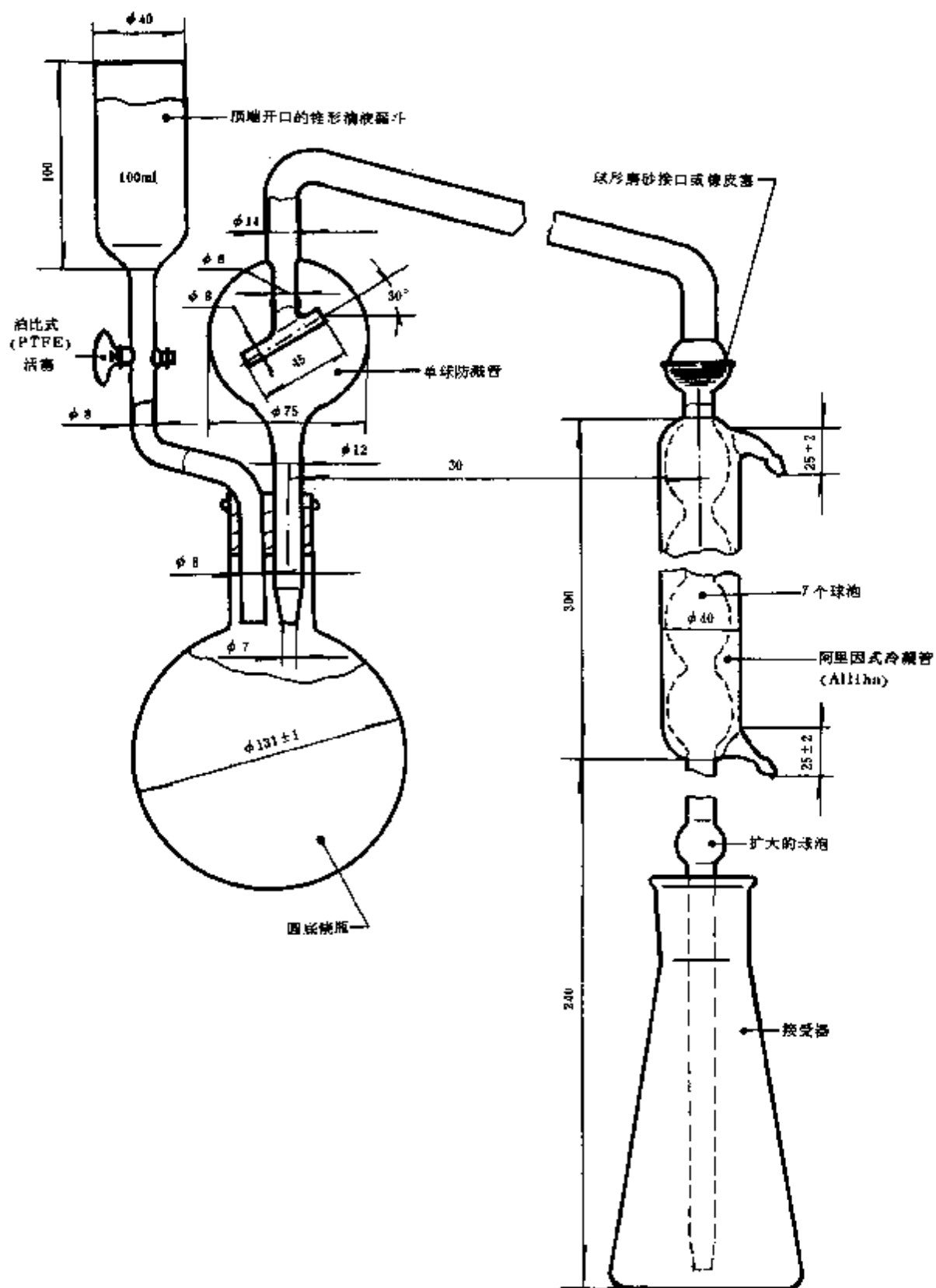
至少收集 150 mL 馏出液后,部分撤去接受器,而导管仍在接受器边上,用 pH 试纸检验蒸出的馏出液,以确证氮全部蒸出,移去热源。

从冷凝管上拆下防溅球管,用水冲洗冷凝管和扩大球泡的内部及导管的外部,收集于接受器中。

试样中预计氮含量 mg	硫酸标准溶液浓度 mol/L	硫酸标准溶液体积 mL
65~80	0.20	35.0
80~100		40.0
100~125		50.0
125~170	0.50	25.0
170~200		30.0
200~235		35.0
235~270		40.0
270~300		45.0

6.3 滴定

用氢氧化钠标准溶液返滴定过量酸到指示剂颜色呈灰绿色为终点。



蒸馏仪器

6.4 空白试验

在测定的同时,按同样的操作步骤,同样试剂,但不含试样,用硫酸标准溶液 $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.10\text{ mol/L}$ 进行空白试验。

6.5 核对试验

使用新配制的含 100 mg 氮的硝酸铵或硫酸铵定期核对仪器的效率和方法的准确度。核对试验应采取和试样测定及空白试验相同的条件,并使用同一指示剂溶液。

7 结果的计算

总氮含量 x , 以氮(N)的质量百分数表示,按下式计算:

$$x = \frac{[c_1 \cdot V_1 - c_2 \cdot V_2 - (c_1 \cdot V_3 - c_2 \cdot V_4)] \times 0.01401}{m} \times 100$$

式中: c_1 ——测定及空白试验时,使用硫酸标准溶液的浓度, mol/L;

c_2 ——测定及空白试验时,使用氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——测定时,使用硫酸标准溶液的体积, mL;

V_2 ——测定时,使用氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

V_3 ——空白试验时,使用硫酸标准溶液的体积, mL;

V_4 ——空白试验时,使用氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

0.01401——与 $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1.000\text{ mol/L}$ 的 1.00 mL 硫酸溶液相当的氮的质量, g;

m ——试样的质量, g。

8 允许差

8.1 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

8.2 平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

8.3 不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.60%。

附加说明:

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会提出,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、山西化肥厂负责起草。

本标准主要起草人刘妙德、刘惟洮、何巧娟、张文伟、王黎宏。