SN

# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0736.11—2002

# 进出口化肥检验方法 自动分析仪测定氮含量

**Chemical analysis of fertilizers for import and export —Determination of nitrogen content by auto analyzer**

2002-03-15 发布　　2002-09-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

需要全本请访问 www.bzfxw.com

# 前　言

本标准中样品的消化与还原主要参考了中华人民共和国出入境检验检疫行业标准，欧共体化肥取样和分析方法，美国公职分析化学家协会公定分析方法中采用的凯氏(Kjeldahl)、乌勒斯(Ulsch)、德瓦达(Devarda)等方法。

本标准使用自动分析仪进行蒸馏、滴定、测定化肥中氮含量。

本标准附录A为标准的附录。

本标准附录B为提示的附录。

本标准由中华人民共和国国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李权斌、侯英涛、郭树立。

本标准系首次发布。

# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

# 进出口化肥检验方法 自动分析仪测定氮含量

SN/T 0736.11—2002

Chemical analysis of fertilizers for import and export
—Determination of nitrogen content by auto analyzer

## 1 范围

本标准规定了使用自动分析仪测定进出口化肥中氮含量的方法。

本标准适用于各种进出口含氮化学肥料，如氨态、硝态、酰胺态、氰氨态等含氮化学肥料。

## 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。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

SN/T 0736.1—1997 进出口化肥检验方法 取样和制样

## 3 取样和样品的制备

取样和样品的制备按 SN/T 0736.1 进行。

## 4 方法提要

试样经消化或还原，使各种形态的氮转化为氨态氮，加入过量碱液，使铵盐分解，经过蒸馏，将生成的氨用硼酸吸收液吸收，同时用盐酸标准滴定溶液滴定。

自动分析仪可将蒸馏、滴定、结果显示或计算等功能合为一体，自动快速完成。

## 5 仪器设备和试剂

5.1 仪器设备

5.1.1 自动分析仪。

5.1.1.1 具有凯氏蒸馏、自动滴定功能，最小滴定单位为 0.01 mL，可根据滴定缸内溶液颜色变化情况进行终点判定，蒸馏体积能达到 250 mL。

5.1.1.2 显示器或打印机。

5.1.1.3 配有内置恒温器的消化器，可设定消化温度，温控范围 50℃～440℃。

若采用德瓦达法进行测定或对滴定结果自动校准，分析仪还须具备延时和计算功能。分析仪滴定系统的校准见附录 A。

5.1.2 天平：感量 0.1 mg。

5.1.3 分析仪专用消化管：250 mL 和 1 000 mL。

5.2 试剂

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2002-03-15 批准　　2002-09-01 实施

本标准除特殊规定外，均使用分析纯试剂、蒸馏水或同等纯度的水。

5.2.1 硫酸($H_2SO_4$，密度 1.84 g/cm³)；

5.2.2 硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)；

5.2.3 硫酸钾($K_2SO_4$)；

5.2.4 德瓦达合金(Cu50∶Al45∶Zn5)：研磨至约 20 目(筛孔 0.84 mm)；

5.2.5 还原铁粉(Fe)；

5.2.6 氢氧化钠溶液(质量分数为 35%)：溶解 55 g 氢氧化钠于 100 mL 水中。

5.2.7 溴甲酚绿指示剂(质量分数为 0.1%乙醇溶液)：溶解 100 mg 溴甲酚绿于 100 mL 乙醇中。

5.2.8 甲基红指示剂(质量分数为 0.1%乙醇溶液)：溶解 100 mg 甲基红于 100 mL 乙醇中。

5.2.9 硼酸溶液：将 100 g 硼酸溶于 10 L 蒸馏水中，加入 100 mL 溴甲酚绿指示剂(5.2.7)和 70 mL 甲基红指示剂(5.2.8)，滴加氢氧化钠溶液(5.2.6)约 2 mL 使溶液出现灰绿色，以获得 0.05 mL～0.15 mL稳定的空白值。

5.2.10 盐酸标准滴定溶液[$c$(HCl)=0.5 mol/L]：按 GB/T 601 配制和标定；

5.2.11 硫酸亚铁($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)；

5.2.12 硝酸钠($NaNO_3$)。

## 6 试验准备

6.1 仪器安装应符合仪器说明书要求。

6.2 按说明书要求调节吸收液泵冲程，调节碱液泵每冲程约 20 mL，结合终点颜色变化情况调节滴定马达速度和滴定终点颜色。滴定缸探棒位置和仪器工作参数根据蒸馏体积以及是否需要延时和校准等具体要求进行设定。

6.3 开机后应清除滴定器和管路中的气泡，用吸收液清洗滴定缸 4 次～5 次，调节冷却水流速约 2 L/min。

6.4 将仪器设置成自动滴定状态后待机。

## 7 试验步骤

### 7.1 试液制备

7.1.1 只含氨态氮的化肥(如氯化铵等)：称取试样 1 g(准确至 0.000 1 g)，置于 250 mL 消化管中，加水 75 mL 使试样溶解。

7.1.2 只含硝态氮化肥(如硝酸钠等)：称取试样 1 g(准确至 0.000 1 g)，置于 1 000 mL 消化管中，加 4 g德瓦达合金(5.2.4)，用 75 mL 热水使试样溶解后立即蒸馏。

注：进行硝态氮化肥的空白试验时需将空白试液加热至沸后立即蒸馏。

7.1.3 只含酰胺态氮的化肥(如尿素等)：称取试样 0.5 g(准确至 0.000 1 g)，置于 250 mL 消化管中，加入 4 mL 水和 4 mL 硫酸(5.2.1)，加热至冒白烟。冷却，加水 75 mL。

7.1.4 同时含有硝态氮和氨态氮的化肥(不适用于硝酸铵)。

7.1.4.1 乌勒斯法：称取试样 1 g(准确至 0.000 1 g)，置于 250 mL 消化管中，加水 75 mL 使试样溶解，加 5 mL 硫酸(5.2.1)、3 g 还原铁粉(5.2.5)，于沸水浴中 1 h。冷却，用 15 mL 水冲洗消化管内壁。

7.1.4.2 德瓦达法：称取试样 1 g(准确至 0.000 1 g)，置于 1 000 mL 消化管中，加 2 g 德瓦达合金(5.2.4)，用 75 mL 热水使试样溶解后立即蒸馏。

注：化肥中硝态氮定性试验见附录 B。

7.1.5 硝酸铵中氮含量的测定按 7.1.2 进行，其中氨态氮含量的测定按 7.1.1 进行。

7.1.6 同时含有酰胺态氮和氨态氮的化肥：按 7.1.3 进行。

7.1.7 其它不含硝态氮的化肥(如石灰氮等)：称取试样 1 g(准确至 0.000 1 g)置于 250 mL 消化管中，

加入 1 g 硫酸铜(5.2.2)、5 g 硫酸钾(5.2.3)及 10 mL 硫酸(5.2.1),轻轻转动使固体润湿。将消化管放在消化器上,设定消化温度为 420℃,消化至溶液澄清,保持半小时。冷却,加水 75 mL。

7.2 蒸馏和滴定

7.2.1 设定蒸馏条件

7.2.1.1 按 7.1.1 制备试液时,设定碱液泵加碱一冲程,蒸馏体积 100 mL。

7.2.1.2 按 7.1.3,7.1.4.1 和 7.1.7 制备试液时,设定碱液泵加碱二冲程,蒸馏体积 100 mL。

7.2.1.3 按 7.1.2 和 7.1.4.2 制备试液时,设定延时 2 min～5 min,碱液泵加碱一冲程,蒸馏体积 250 mL。

7.2.2 将消化管于分析仪上进行蒸馏、滴定,记录显示值(即滴定用盐酸标准滴定溶液的体积)。同时做二个空白试验。

注:如按 7.1.4.1 制备试液,试验结束后可取 10 mL 冰乙酸置于 250 mL 消化管中于分析仪上蒸馏 10 min 以清洗分析仪蒸馏系统。

7.3 分析结果的表述

氮的质量分数按式(1)计算:

$$X = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.014\ 01}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots(1)$$

式中:$X$——被测试样氮的质量分数,%;

$V$——滴定试样时所用盐酸标准滴定溶液(5.2.10)的体积,mL;

$V_0$——滴定空白时所用盐酸标准滴定溶液(5.2.10)的体积,mL;

$c$——盐酸标准滴定溶液(5.2.10)的实际浓度,mol/L;

0.014 01——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液[$c$(HCl)=1.000 mol/L]相当的以克表示的氮的质量;

$m$——试样的质量,g。

计算结果表示到小数点后两位。

7.4 精密度

化肥中氮含量测定结果的重复性 $r$ 和再现性 $R$ 见表 1。

表 1 氮含量精密度数据 %

| 水平范围 | $r$ | $R$ |
|---|---|---|
| 10～26 | 0.15 | 0.30 |
| 26～50 | 0.15 | 0.40 |

需要全本请访问 www.ertongbook.com

# 附 录 A
（标准的附录）
滴定系统的校准

本方法采用氢氧化钠标准滴定溶液对分析仪的滴定系统进行校准，必要时应采用含氮标准样品进行校准。采用氢氧化钠标准滴定溶液对分析仪的滴定系统进行校准方法如下：

## A1 具备延时和计算功能分析仪滴定系统的校准

### A1.1 操作步骤

关闭碱液泵，设定分析仪于延时状态，使一空消化管就位，在仪器显示一稳定的显示值($V_0$)后用已校准的 50 mL 滴定管向滴定缸内滴加约 15 mL～30 mL 氢氧化钠标准滴定溶液[$c$(NaOH)=0.5 mol/L]，控制最后 1 mL～2 mL 的滴加速度小于 10 滴/min，滴加结束后记录分析仪最终显示值($V$)，并按式(A1)计算：

$$c_1 = \frac{V_1 c(\mathrm{NaOH})}{V - V_0} \qquad \cdots\cdots(\mathrm{A1})$$

式中：$V_1$——滴加氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

$V$——滴定氢氧化钠标准滴定溶液所用盐酸标准滴定溶液(5.2.10)的体积，mL；

$V_0$——滴定空白吸收液时所用盐酸标准滴定溶液(5.2.10)的体积，mL；

$c$(NaOH)——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L(按 GB/T 601 配制和标定)。

### A1.2 校准

所得结果 $c_1$ 与盐酸标准滴定溶液(5.2.10)的实际浓度 $c$ 之差应小于 0.001 mol/L，否则应对分析仪体积系数进行校准，用体积校正系数($c_1/c$)代替分析仪原体积系数 1.000。

## A2 不具备延时和计算功能分析仪滴定系统的校准

### A2.1 操作步骤

关闭碱液泵，设定分析仪蒸馏体积为 250 mL，使一空消化管就位，以后操作和计算同 A1.1。

### A2.2 校准

所得结果 $c_1$ 与盐酸标准滴定溶液(5.2.10)的实际浓度 $c$ 之差应小于 0.001 mol/L，否则应对分析仪的显示值进行校准，方法是将分析仪的显示值乘以体积校正系数($c_1/c$)后作为滴定用盐酸标准滴定溶液的体积。

# 附 录 B
（提示的附录）
## 化肥中硝态氮定性试验

将 5 g 样品与 25 mL 热水混合，过滤。取 1 体积滤液于 25 mL 比色管中，加入 2 体积硫酸(5.2.1)，混匀，冷却后沿比色管壁滴加数滴新配制的硫酸亚铁浓溶液，设法使其不与样品溶液混合。如果有硝酸盐存在，几分钟后会在溶液的界面处出现明显的褐色。

另取部分样品溶液，加入 1 mL 硝酸钠(质量分数为 1%)溶液，按上述方法做显色试验，以验证在第一个试验中加入的硫酸是否足够。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口化肥检验方法
自动分析仪测定氮含量
SN/T 0736.11—2002
*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
*
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 12 千字
2002年6月第一版 2002年6月第一次印刷
印数 1—2 000
*
书号:155066·2-14489 定价 10.00 元
网址 www.bzcbs.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

SN/T 0736.11-2002