

化学工业标准汇编

化肥

(第二版)

全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会 编

中国标准出版社

TQ-65

1-2

第二版出版说明

化学工业标准汇编

化 肥

(第二版)

全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会 编

江苏工业学院图书馆

藏书章

中国标准出版社

化学工业出版社

标准

(第二卷)

化学工业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

化学工业标准汇编. 化肥/全国肥料和土壤调理剂标准
化技术委员会编. —2 版. —北京: 中国标准出版社,
2000. 10

ISBN 7-5066-2280-7

I. 化… II. 全… III. ①化学工业-标准-汇编-中
国②化学肥料-标准-汇编-中国 IV. TQ-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2000) 第 49153 号

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: 68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 48 1/4 字数 1 440 千字

2000 年 12 月第一版 2000 年 12 月第一次印刷

*

印数 1—2 800 定价 150.00 元

*

标 目 425—08

目 录

一、化肥基础标准与通用方法

GB/T 2947—1982	卡尔·费休法测定尿素、硝酸铵中水分	3
GB/T 3595—1983	肥料中氨态氮含量的测定 蒸馏后滴定法	6
GB/T 3597—1983	肥料中硝态氮含量的测定 氮试剂重量法	11
GB/T 3598—1983	肥料中尿素态氮含量的测定 尿素酶法	15
GB/T 3600—1983	肥料中氨态氮含量的测定 甲醛法	18
GB/T 6274—1997	肥料和土壤调理剂 术语	21
GB 8569—1997	固体化学肥料包装	37
GB/T 13565—1992	肥料采样报告格式	43
GB/T 13566—1992	肥料堆密度的测定方法	49
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	54

二、氮 肥

GB 535—1995	硫酸铵	83
GB 536—1988	液体无水氨	100
GB/T 8570.1—1988	液体无水氨 实验室样品的采取	102
GB/T 8570.2—1988	液体无水氨 氨含量的测定	105
GB/T 8570.3—1988	液体无水氨 残留物含量的测定 重量法	106
GB/T 8570.4—1988	液体无水氨 残留物含量的测定 容量法	109
GB/T 8570.5—1988	液体无水氨 水分的测定 卡尔·费休法	111
GB/T 8570.6—1988	液体无水氨 油含量的测定 重量法和红外光谱法	114
GB/T 8570.7—1988	液体无水氨 铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法	118
GB 2440—1991	尿素	121
GB/T 2441—1991	尿素总氮含量的测定 蒸馏后滴定法	124
GB/T 2443—1991	尿素中缩二脲含量的测定 分光光度法	129
GB/T 2444—1991	尿素中水分的测定 卡尔·费休法	132
GB/T 2445—1991	工业用尿素铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法	134
GB/T 2446—1991	工业用尿素碱度的测定 容量法	137
GB/T 2447—1991	工业用尿素水不溶物含量的测定 重量法	139
GB/T 2448—1991	尿素粒度的测定 筛分法	141
GB/T 13256—1991	工业用尿素硫酸盐含量的测定 目视比浊法	143
GB/T 13257—1991	工业用尿素灰分的测定 重量法	145
GB 2945—1989	硝酸铵	147
GB 2946—1992	氯化铵	159
GB 3559—1992	农业用碳酸氢铵	173
HG/T 2095—1991	涂层尿素	179
HG 2427—1993	氰氨化钙	193

HG 3280—1990 多孔粒状硝酸铵(原 ZB G 21007—90) 201
 HG 3281—1990 小联碱农业氯化铵(原 ZB G 21008—90) 205

三、磷 肥

HG/T 2219—1991 粒状重过磷酸钙 221
 HG/T 2220—1991 重过磷酸钙中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法 224
 HG/T 2221—1991 重过磷酸钙中游离酸含量的测定 容量法 227
 HG/T 2222—1991 重过磷酸钙中游离水分的测定 真空烘箱法 229
 HG/T 2223—1991 粒状重过磷酸钙的粒度测定 231
 HG/T 2224—1991 粒状重过磷酸钙的颗粒平均抗压强度测定 233
 HG 2557—1994 钙镁磷肥 234
 HG 2598—1994 钙镁磷钾肥 244
 HG/T 2740—1995 过磷酸钙 251
 HG/T 3275—1999 肥料级磷酸氢钙 261

四、钾 肥

GB 6549—1996 氯化钾 271
 HG/T 3279—1990 农业用硫酸钾(原 ZB G 21006—89) 282

五、复合肥料

GB 10205—1988 磷酸一铵、磷酸二铵(粒状) 293
 GB 10206—1988 料浆法磷酸一铵 296
 GB/T 10207—1988 磷酸一铵、磷酸二铵中有效磷含量测定 299
 GB/T 10208—1988 料浆法磷酸一铵中有效磷含量测定 304
 GB/T 10209—1988 磷酸一铵、磷酸二铵中总氮含量测定 蒸馏后滴定法 309
 GB/T 10210—1988 磷酸一铵、磷酸二铵中水含量测定 314
 GB/T 10211—1988 磷酸一铵、磷酸二铵粒度测定 317
 GB/T 10212—1988 磷酸一铵、磷酸二铵颗粒平均抗压强度测定 318
 HG 2558—1994 料浆法磷酸二铵 319
 HG/T 3282—1990 粉状磷酸一铵(原 ZB G 21009—90) 322
 GB/T 10510—1998 硝酸磷肥 325
 GB/T 10511—1989 硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法 328
 GB/T 10512—1989 硝酸磷肥中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法 332
 GB/T 10513—1989 硝酸磷肥中游离水含量的测定 卡尔·费休法 335
 GB/T 10514—1989 硝酸磷肥中游离水含量的测定 烘箱法 338
 GB/T 10515—1989 硝酸磷肥粒度测定 340
 GB/T 10516—1989 硝酸磷肥颗粒平均抗压强度测定 342
 HG 2321—1992 磷酸二氢钾 344

六、复混肥料

GB 15063—1994 复混肥料 359
 GB/T 8571—1988 复混肥料 实验室样品制备 370

GB/T 8572—1988	复混肥料中总氮含量测定 蒸馏后滴定法	372
GB/T 8573—1999	复混肥料中有效磷含量测定	377
GB/T 8574—1988	复混肥料中钾含量测定 四苯基合硼酸钾重量法	381
GB/T 8575—1988	复混肥料中游离水含量测定 真空干燥法	384
GB/T 8576—1988	复混肥料中游离水含量测定 真空烘箱法	386
GB/T 8577—1988	复混肥料中游离水含量测定 卡尔·费休法	388
GB/T 14539.1—1993	复混肥料中砷、镉、铅的测定 试样溶液制备	390
GB/T 14539.2—1993	复混肥料中砷的测定方法	392
GB/T 14539.3—1993	复混肥料中镉的测定方法	398
GB/T 14539.4—1993	复混肥料中铅的测定方法	404
GB/T 14540.1—1993	复混肥料中钼的测定方法 硫氰酸钠分光光度法	409
GB/T 14540.2—1993	复混肥料中硼的测定方法 甲亚胺-H 酸分光光度法	412
GB/T 14540.3—1993	复混肥料中锰的测定方法	415
GB/T 14540.4—1993	复混肥料中锌的测定方法	421
GB/T 17767.1—1999	有机-无机复混肥料中总氮含量的测定	427
GB/T 17767.2—1999	有机-无机复混肥料中总磷含量的测定	431
GB/T 17767.3—1999	有机-无机复混肥料中总钾含量的测定	436
HG 2842—1997	碳铵复混肥料中稀土元素的含量及测定(暂行)	441

七、有机肥料及微量元素肥料

GB/T 17419—1998	含氨基酸叶面肥料	447
GB/T 17420—1998	微量元素叶面肥料	465
HG/T 3276—1999	腐植酸铵肥料分析方法	482
HG 3277—1986	农业用硫酸锌(原 ZB G 21001—86)	493
HG/T 3278—1987	腐植酸钠(原 ZB G 21005—87)	502
NY 227—1994	微生物肥料	512
NY/T 297—1995	有机肥料全氮的测定	521
NY/T 298—1995	有机肥料全磷的测定	524
NY/T 299—1995	有机肥料全钾的测定	527
NY/T 300—1995	有机肥料速效磷的测定	530
NY/T 301—1995	有机肥料速效钾的测定	533
NY/T 302—1995	有机肥料水分的测定	535
NY/T 303—1995	有机肥料粗灰分的测定	539
NY/T 304—1995	有机肥料有机物总量的测定	541
NY/T 305.1—1995	有机肥料铜的测定方法	543
NY/T 305.2—1995	有机肥料锌的测定方法	548
NY/T 305.3—1995	有机肥料铁的测定方法	553
NY/T 305.4—1995	有机肥料锰的测定方法	558

八、进出口化肥

SN/T 0736.1—1997	进出口化肥检验方法 取样和制样	565
SN/T 0736.2—1997	进出口化肥检验方法 水分的测定	569
SN/T 0736.3—1997	进出口化肥检验方法 粒度的测定	573

SN/T 0736.4—1997 进出口化肥检验方法 火焰原子吸收光谱法测定钠量 576

SN/T 0736.5—1999 进出口化肥检验方法 氮含量的测定 580

SN/T 0736.6—1999 进出口化肥检验方法 磷的测定 587

SN/T 0736.7—1999 进出口化肥检验方法 钾的测定 592

SN/T 0736.8—1999 进出口化肥检验方法 缩二脲含量的测定 597

SN/T 0736.9—1999 进出口化肥检验方法 氯含量的测定 602

SN/T 0736.10—1999 进出口化肥检验方法 游离酸的测定 606

SN/T 0759.1—1999 进出口化肥检验方法 微量元素的原子吸收分光光度测定方法 610

SN/T 0840—1999 进出口尿素中含氮量的测定 615

九、磷 矿 石

GB/T 1868—1995 磷矿石和磷精矿 采样与样品制备方法 621

GB/T 1870—1995 磷矿石和磷精矿中水分的测定 重量法 625

GB/T 1871.1—1995 磷矿石和磷精矿中五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法和容量法 ...628

GB/T 1871.2—1995 磷矿石和磷精矿中氧化铁含量的测定 容量法和分光光度法 634

GB/T 1871.3—1995 磷矿石和磷精矿中氧化铝含量的测定 容量法和分光光度法 641

GB/T 1871.4—1995 磷矿石和磷精矿中氧化钙含量的测定 容量法 648

GB/T 1871.5—1995 磷矿石和磷精矿中氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法和容量法 654

GB/T 1872—1995 磷矿石和磷精矿中氟含量的测定 离子选择性电极法 660

GB/T 1873—1995 磷矿石和磷精矿中二氧化硅含量的测定 重量法和容量法 663

GB/T 1874—1995 磷矿石和磷精矿中酸不溶物含量的测定 重量法 668

GB/T 1875—1995 磷矿石和磷精矿中灼烧失量的测定 重量法 671

GB/T 1876—1995 磷矿石和磷精矿中二氧化碳含量的测定 气量法 673

GB/T 1877—1995 磷矿石和磷精矿中氧化锰含量的测定 分光光度法和容量法 679

GB/T 1878—1995 磷矿石和磷精矿中碘含量的测定 分光光度法和离子选择性电极法 684

GB/T 1879—1995 磷矿石和磷精矿中氧化钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法 690

GB/T 1880—1995 磷矿石和磷精矿中三氧化硫含量的测定 重量法 694

GB/T 1881—1995 磷矿石和磷精矿中氧化锶含量的测定 火焰原子吸收光谱法 698

GB/T 13551—1995 磷矿石和磷精矿中氧化镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法 702

HG/T 2274—1995 钙镁磷肥用硅镁质半自熔性磷矿石 706

HG/T 2673—1995 酸法加工用磷矿石 709

HG/T 2674—1995 黄磷用磷矿石 713

HG/T 2675—1995 钙镁磷肥用磷矿石 716

十、化肥相关标准

GB 9968—1996 农用硝酸稀土 721

GB/T 12687.1—1990 农用硝酸稀土化学分析方法 重量法测定稀土氧化物总量 727

GB/T 12687.2—1990 农用硝酸稀土化学分析方法 汞量法测定氯含量 730

GB/T 12687.3—1990 农用硝酸稀土化学分析方法 发生氢化物火焰原子吸收光谱法测定
砷含量 733

GB/T 12687.4—1990 农用硝酸稀土化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定汞含量 739

GB/T 12687.5—1990 农用硝酸稀土化学分析方法 二苯氨基脲分光光度法测定铬含量 742

GB/T 12687.6—1990 农用硝酸稀土化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铅、镉含量 745

GB/T 12687.7—1990 农用硝酸稀土化学分析方法 Cl-TBP 萃淋树脂分离分光光度法测定钪
含量 749

GB/T 12687.8—1990 农用硝酸稀土化学分析方法 重量法测定水不溶物含量 753

GB 15580—1995 磷肥工业水污染物排放标准 755

一、化肥基础标准与通用方法

注：1 本汇编收集的國家标准的属性已在本目录上标明(GB 或 GB/T)，年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的，现尚未修订，故正文部分仍保留原样；读者在使用这些国家标准时，其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

2 本汇编目录中，凡标准名称用括号注明原国家标准号“(原 GB ××××—××)”的行业标准，均由国家标准转化而来，这些标准因未另出版行业标准文本(即仅给出行业标准号，正文内容完全不变)，故本汇编中正文部分仍为原国家标准。与此类似的专业标准、部标准转化为行业标准的情况也照此处理。

卡尔·费休法测定尿素、硝酸铵中水分

Determination of water in urea and
ammonium nitrate by karl fischer method

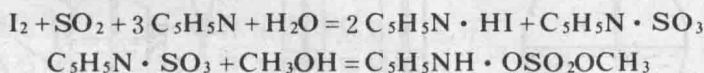
1 适用范围

本标准规定用卡尔·费休法测定工农业尿素、硝酸铵中水分含量，仲裁时采用含有吡啶的卡尔·费休试剂测定。

2 原理

试样中的水与卡尔·费休试剂（碘、二氧化硫，吡啶和甲醇组成的溶液）或改进的卡尔·费休试剂（碘、二氧化硫、乙酸钠、碘化钠和甲醇组成的溶液）反应，卡尔·费休试剂或改进卡尔·费休试剂预先用准确重量的水标定。反应终点用“永停”电量法确定。

卡尔·费休法反应式如下：



3 仪器

“永停”电量法滴定装置见图 1。

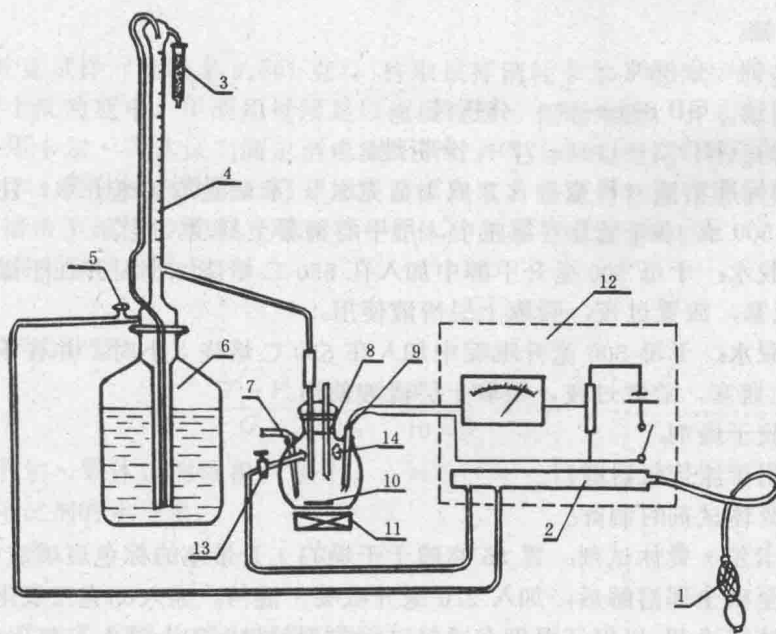


图 1 “永停”电量法滴定装置

1—双连球； 2、3—干燥管； 4—自动滴定管； 5—具塞放气口； 6—试剂贮瓶； 7—废液排放口； 8—反应瓶；
9—铂电极； 10—磁棒； 11—搅拌器； 12—电量法测定终点装置； 13—干燥空气进气口； 14—进样口

4 试剂和溶液

4.1 甲醇 (GB 683—79): 分析纯。

4.2 吡啶 (GB 689—78): 分析纯。

4.3 碘 (GB 675—77): 分析纯。

4.4 无水亚硫酸钠 (HG 3-1078—77): 化学纯。

4.5 硫酸 (GB 625—77): 化学纯。

4.6 二氧化硫: 钢瓶二氧化硫或浓硫酸分解亚硫酸钠制得, 均需经脱水干燥处理。

二氧化硫发生装置见图 2。

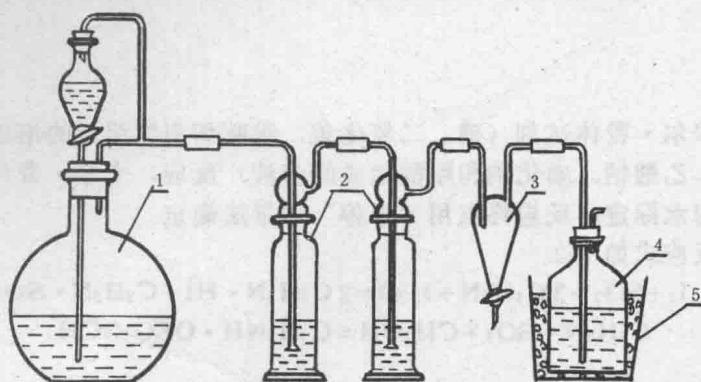


图 2 二氧化硫发生装置

1—二氧化硫气体发生器; 2—浓硫酸过滤瓶; 3—分离器; 4—盛有碘、吡啶溶液的吸收瓶; 5—冰浴

4.7 5 A 分子筛。

4.8 无水碘化钠: 分析纯。

4.9 无水乙酸钠 (GB 694—78): 分析纯。

4.10 酒石酸钠 (HG 3—1101—77): 分析纯。

4.11 水-甲醇标准溶液 (每毫升含 2 或 1 毫克水): 准确量取 1 毫升水, 注入预先放入 100 毫升甲醇的完全干燥的 500 或 1000 毫升容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 混匀。

4.12 甲醇的脱水: 于每 500 毫升甲醇中加入在 550 °C 焙烧 2 小时并在干燥器中冷却的 5 A 分子筛约 50 克, 塞上瓶塞, 放置过夜, 吸取上层清液使用。

4.13 吡啶的脱水: 于每 500 毫升吡啶中加入在 550 °C 焙烧 2 小时, 并在干燥器中冷却的 5 A 分子筛约 50 克, 塞上瓶塞, 放置过夜, 吸取上层清液使用。

4.14 变色硅胶干燥剂。

4.15 硅脂, 用于涂抹仪器磨口。

4.16 卡尔·费休试剂的制备:

4.16.1 通用卡尔·费休试剂: 置 85 克碘于干燥的 1 升带塞的棕色玻璃瓶中, 加入 670 毫升甲醇, 塞上瓶塞, 振荡至碘全部溶解后, 加入 270 毫升吡啶, 混匀。通入 65 克二氧化硫气体于此溶液中, 通二氧化硫时应用冰浴冷却, 以保证温度在通气过程中不超过 20 °C。通入二氧化硫量可在 60~70 克左右, 略有过量无妨碍。放置暗处至少 24 小时后使用。

4.16.2 改进卡尔·费休试剂: 置 63 克碘于干燥的 1 升带塞的棕色玻璃瓶中, 加入 600 毫升甲醇, 再加入 25 克已在 150 °C 干燥至恒重的无水碘化钠及 85 克已于 150 °C 干燥至恒重的无水乙酸钠, 塞上瓶塞, 振荡至碘及其盐类全部溶解 (溶液甲)。

通二氧化硫于用冰水冷却的甲醇中使 1 升甲醇中含 256 克 (4 克分子/升) 二氧化硫 (溶液乙)。

加90毫升溶液乙（含二氧化硫23克）或直接通23克干燥二氧化硫气体于溶液甲中，再用甲醇稀释至1升，混匀，置于暗处备用。

4.16.3 卡尔·费休试剂的标定：加50毫升甲醇于反应瓶（见图1）中。甲醇用量须足以淹没电极，接通电源，开动电磁搅拌器，用卡尔·费休试剂滴定甲醇中的微量水，滴定至电流计产生较大的偏转并保持1分钟不变为终点（不记录所消耗卡尔·费休试剂的体积）。

再按下法加入标准水：

用微型注射器（10~50微升）从进样口橡皮塞中注入0.01~0.04克水于反应瓶中；

或用滴瓶称取0.01~0.04克水（称准至0.0001克）加入反应瓶中；

或量取含0.01~0.04克的水-甲醇标准溶液（每毫升含1~2毫克水）注入反应瓶中；

或用称量管称取0.25克酒石酸钠（称准至0.0001克），迅速从进样口倾入反应瓶中。

加入标准水后，按上述操作要求进行标定。

4.16.4 卡尔·费休试剂的水当量 T （毫克水/毫升）按下式计算：

$$T = \frac{G_1 \times 1000}{V} \quad \text{或} \quad T = \frac{G_2 \times 0.1566}{V} \quad (1)$$

式中： G_1 ——水的重量，或标定时所用水-甲醇标准溶液中含水的重量，克；

G_2 ——酒石酸钠的重量，毫克；

V ——滴定消耗卡尔·费休试剂的体积，毫升；

0.1566——酒石酸钠的重量换算为水的重量系数。

注：① 用水-甲醇标准溶液进行标定所消耗卡尔·费休试剂的体积应扣除甲醇空白所消耗卡尔·费休试剂的体积。

② 由于酒石酸钠难溶于醇，不能用此试剂标定改进的卡尔·费休试剂。

③ 称量管可用直径与反应器上进样口内径略小的玻璃管制得。

5 测定手续

用称量管称取2~5克试样（称准至0.001克），称取试样消耗卡尔·费休试剂应不超过20毫升。

加50~75毫升甲醇于反应瓶中，甲醇用量须足以淹没电极。接通电源，开动电磁搅拌器，与标定卡尔·费休试剂一样，用卡尔·费休试剂滴定至电流计指针产生与标定时同样的偏转，并保持1分钟不变。不记录所消耗卡尔·费休试剂体积。打开加料口橡皮塞，迅速将称量管中试样倾入反应瓶中，立即盖紧橡皮塞，搅拌溶液至试样溶解后，用卡尔·费休试剂如上滴定至终点。

改进卡尔·费休试剂测定手续同上。

5.1 计算

水分含量百分数按下式计算：

$$\frac{T \cdot V \times 100}{G \times 1000} = \frac{T \cdot V}{10 \times G} \quad (2)$$

式中： V ——滴定消耗卡尔·费休试剂体积，毫升；

T ——卡尔·费休试剂的水当量；

G ——试样重量，克。

5.2 允许误差

5.2.1 取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.2.2 水分含量 $\leq 1\%$ 时，平行测定结果的绝对差值不大于0.03%；水分含量 $> 1\%$ 时，平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

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。

本标准由化工部上海化工研究院、化工部化肥研究所负责起草。

肥料中氨态氮含量的测定 蒸馏后滴定法

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

UDC 631.8:543

.24:546

.171.1

GB 3595—83

≈ISO 5314—81

前 言

本标准等效采用ISO 5314—81《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—81标准稍作编辑性修改：删略ISO 5314—81中第2章参考资料和第8章试验报告。增加我国试剂标准的编号和附录。

本标准根据我国实际情况，与ISO 5314—81标准技术上差异为：

- a. 本标准第一章适用范围规定也可适用于相应的工业产品。
- b. 本标准4.1“蒸馏仪器”的规定也可采用ISO 3330—75的蒸馏仪器。
- c. 本标准将ISO 5314—81中7.2“精密度”更改为6.2“允许误差”。

1 适用范围

本标准规定用蒸馏后滴定法测定肥料中氨态氮含量，该法也可适用于相应的工业产品。

本方法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。

2 原理

从碱性溶液中蒸馏出的氨，用过量硫酸标准溶液吸收，以甲基红或甲基红—亚甲基蓝乙醇溶液为指示剂，用氢氧化钠标准溶液反滴定。

3 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，或具有同等纯度的水。

3.1 硫酸铵（GB 1396—78）：优级纯，在105℃干燥至恒重。

3.2 盐酸（GB 622—77）：1 + 1溶液。

3.3 氢氧化钠（GB 629—81）：约400克/升溶液。

3.4 氢氧化钠标准溶液：0.2N溶液。

3.5 硫酸（GB 625—77）：0.2N标准溶液。

3.6 甲基红（HG 3—958—76）：0.1%乙醇溶液。

3.7 95%乙醇（GB 679—80）。

3.8 亚甲基蓝（HGB 3394—60）。

3.9 指示剂溶液：

3.9.1 甲基红—亚甲基蓝乙醇溶液：将50毫升甲基红乙醇溶液（2克/升）和50毫升亚甲基蓝乙醇溶液（1克/升）混合。

3.9.2 甲基红乙醇溶液：溶解0.1克甲基红于50毫升95%乙醇中。

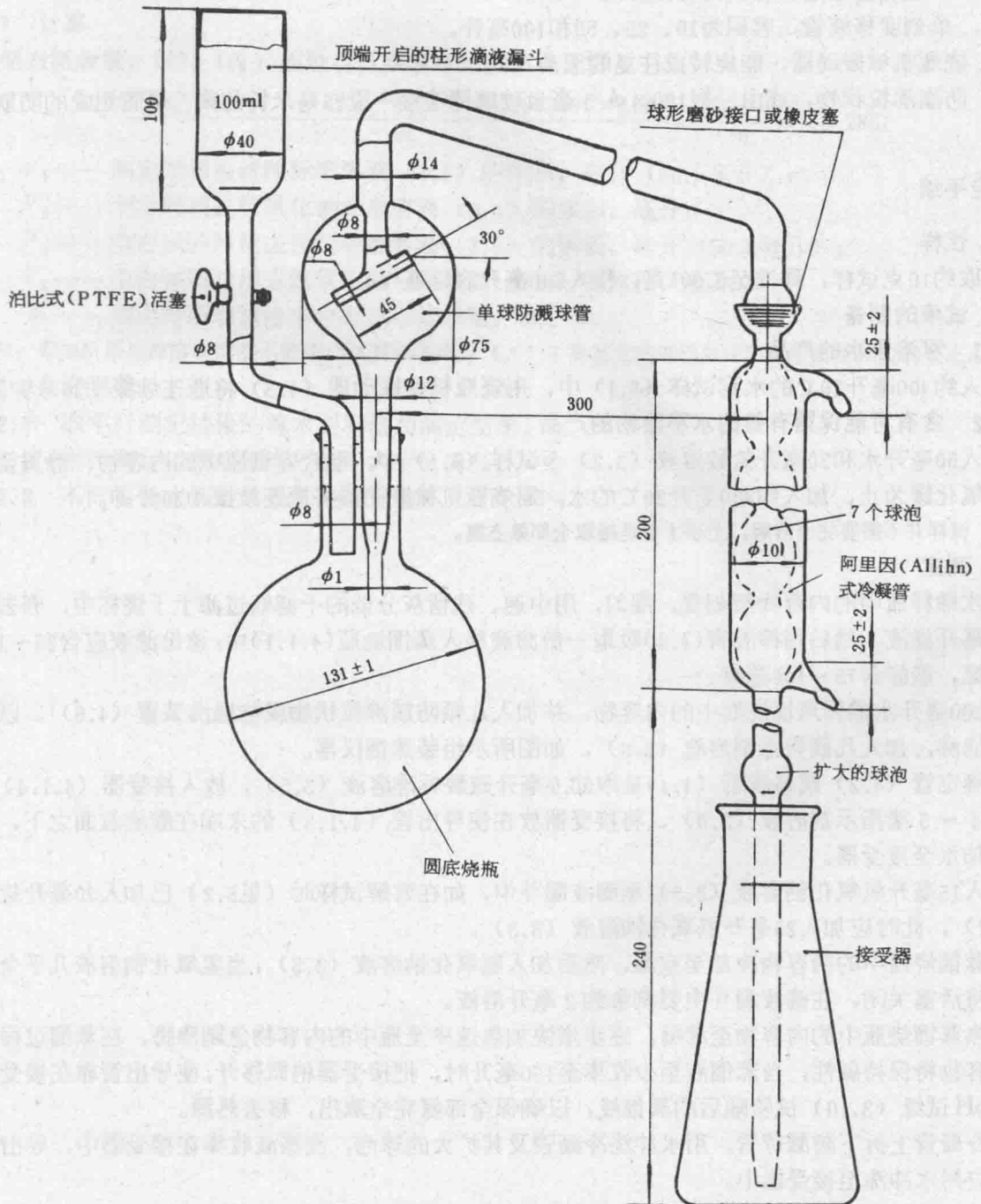
3.10 pH试纸：广泛范围。

4 仪器

4.1 蒸馏仪器：可用下述部件组装的蒸馏仪器，也可用ISO 3330—75的蒸馏仪器*。

仪器的各部件可用橡皮塞和橡皮管连接，或是采用磨砂玻璃接口，磨砂玻璃接口应当用弹簧夹子夹住，以保证不漏，即将老化或有损坏现象的橡皮管和橡皮塞应予更换。

一套妥善的蒸馏仪器示于下图：



蒸馏仪器

* 本标准规定蒸馏仪器也可采用ISO 3330—75的蒸馏仪器，但测定手续应该相应地修改。

- 4.1.1 圆底烧瓶，容积为1升。
- 4.1.2 单球防溅球管和顶端开口、容积为100毫升的柱形滴液漏斗。
- 4.1.3 阿里因（Allihn）式冷凝管，七球泡型，容积约为100毫升，导出管上端有一扩大球泡，下端为出口。
- 4.1.4 接受器（锥形瓶或锥形烧杯），容积为500毫升。
- 4.2* 两支滴定管，容积为50毫升。
- 4.3* 单刻度容量瓶，容积为500毫升。
- 4.4* 单刻度移液管，容积为10、25、50和100毫升。
- 4.5 烧瓶机械振动器，能旋转或往复的运动。
- 4.6 防崩沸粒状物，或由一根 $100 \times \phi 5$ 毫米玻璃棒连接一段25毫米长的聚乙烯管组成的防崩沸装置。

5 测定手续

5.1 试样

称取约10克试样，称准至0.001克，移入500毫升容量瓶（4.3）。

5.2 试液的制备

5.2.1 可溶于水的产品

加入约400毫升20℃的水到试样（5.1）中，用烧瓶机械振动器（4.5）将瓶连续振动30分钟。

5.2.2 含有可能保留有氨的水不溶物的产品

加入50毫升水和20毫升盐酸溶液（3.2）至试样（5.1）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400毫升20℃的水，用烧瓶机械振动器将瓶连续振动30分钟。

注：试样并不需要完全溶解，上述手续是提取全部氨态氮。

5.3 测定

用水稀释瓶中的内容物至刻度，混匀，用中速、残留灰分低的干滤纸过滤于干烧杯中，弃去初滤出的50毫升滤液，然后用移液管（4.4）吸取一份滤液移入蒸馏烧瓶（4.1.1）中，该份滤液应含25~100毫克氨态氮，最好含75~100毫克。

用200毫升水稀释蒸馏烧瓶中的内容物，并加入几颗防崩沸粒状物或防崩沸装置（4.6），以防在蒸馏时崩沸，加入几滴指示剂溶液（3.9），如图所示组装蒸馏仪器。

用滴定管（4.2）或移液管（4.4）量取50.0毫升硫酸标准溶液（3.5），放入接受器（4.1.4）中，并加入4~5滴指示剂溶液（3.9），将接受器放在使导出管（4.1.3）的末端在酸液液面之下，如有必要时加水至接受器。

加入15毫升氢氧化钠溶液（3.3）至滴液漏斗中，如在溶解试样时（见5.2）已加入20毫升盐酸溶液（3.2），此时应加入25毫升氢氧化钠溶液（3.3）。

将蒸馏烧瓶中的内容物冷却至室温，然后加入氢氧化钠溶液（3.3），当氢氧化钠溶液几乎全部加入后，将活塞关闭，在滴液漏斗中要剩余约2毫升溶液。

加热蒸馏烧瓶中的内容物至沸腾，逐步增快加热速率至瓶中的内容物急剧沸腾，在蒸馏过程中，瓶中内容物将保持碱性，当蒸馏液至少收集至150毫升时，把接受器稍微移开，使导出管靠在接受器壁上，用pH试纸（3.10）试验随后的蒸馏液，以确保全部氨完全蒸出，移去热源。

从冷凝管上拆下防溅球管，用水冲洗冷凝管及其扩大的球泡，洗涤液收集在接受器中，导出管的外部也应用水冲洗至接受器中。

用氢氧化钠标准溶液（3.4）反滴定过量的酸至指示剂呈中性颜色。

5.4 空白试验

* 4.2~4.4条仪器不注明国际标准的等级要求。

在测定的同时，用相同的试剂但不含试液，进行空白试验。

空白试验的结果应不大于0.25毫升0.2N硫酸标准溶液。

5.5 核对试验

用含100毫克氮的新鲜制备的硫酸铵（3.1）溶液来作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。

6 结果的表示

6.1 计算

氨态氮含量，以氮（N）质量百分数表示，按下式计算：

$$\frac{[(V_1 - V_2) - (V_3 - V_4)] \times 0.002801 \times 100}{m} = \frac{V_1 - V_2}{m} \times 0.2801$$

式中：\$V_1\$——测定时用去硫酸标准溶液（3.5）的体积，毫升（50.0毫升）；

\$V_2\$——测定时用去氢氧化钠标准溶液（3.4）的体积，毫升；

\$V_3\$——空白试验时用去硫酸标准溶液（3.5）的体积，毫升（50.0毫升）；

\$V_4\$——空白试验时用去氢氧化钠标准溶液（3.4）的体积，毫升；

\$m\$——测定时所取试液中含有试样的质量，克。

注：假如所用标准溶液浓度不能按“试剂和溶液”（3）中所规定的准确数值时，应给予相应的校正。

6.2 允许误差

6.2.1 取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.2.2 平行测定结果的绝对差值不大于0.06%。

6.2.3 不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.08%。