

## GB 10511—89

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):400g/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: $c_1(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.50、0.20、0.10\text{mol/L}$ ,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:50mL、2g/L甲基红乙醇溶液(4.10),同50mL、1g/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0.1g甲基红于50mL、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(1000mL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100mL圆筒形滴液漏斗；阿里因(Allihn)式带有七只容积100mL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500mL锥形瓶。
- 5.3 防爆沸颗粒或防爆沸装置：后者由一根长10mm直径5mm玻璃棒连接在一根长25mm聚乙烯管上。
- 5.4 滴定管：50mL、二支，符合JJG 196，A级。

## 6 分析步骤

### 6.1 还原

称取约0.5~1.0g试样于烧瓶中，精确到0.001g，加水使总体积为35mL，静置10min，时而缓慢摇动，以保证所有硝酸盐溶解。加1.5~2.0g铬粉，10mL盐酸，在室温下至少静置5min，但不超过10min。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250mL水在7~7.5min内加热至激烈沸腾)，加热4.5min，冷却，然后进行6.2操作。

或称取约0.5~1.0g试样于烧瓶中，准确到0.001g，加200mL蒸馏水，定氮合金3~5g，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50mL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2mL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150mL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