

ICS 65.080  
G 20



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 10511—2008  
代替 GB/T 10511—1989

GB/T 10511—2008

## 硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

Determination of total nitrogen content for nitrophosphate—  
Titrimetric method after distillation

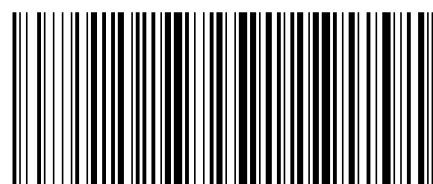
中华人民共和国  
国家标准  
硝酸磷肥中总氮含量的测定  
蒸馏后滴定法  
GB/T 10511—2008

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045  
网址 www.spc.net.cn  
电话:68523946 68517548  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字  
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-32960 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 10511—2008

2008-06-17 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

5.6 蒸馏加热装置:1 000 W~1 500 W 电炉,置于升降台架上,可自由调节高度。也可使用调温电炉或能够调节供热强度的其他形式热源。

## 6 分析步骤

做两份试料的平行测定。

### 6.1 试样的制备

经多次缩分后取约 100 g 实验室样品,迅速研磨至全部通过 1.00 mm 孔径(GB/T 6003.1 R40/3 系列)的试验筛,混匀,置于洁净、干燥的瓶中,作成分分析用。余下做粒度和颗粒平均抗压强度测定。

### 6.2 还原

称取 0.5 g~1.0 g 的试样(精确至 0.000 2 g)于蒸馏烧瓶中,加约 300 mL 水,摇动使试料溶解,再加入定氮合金 3 g~5 g 和防溅棒,将蒸馏烧瓶连接于蒸馏装置上。

或称取 0.5 g~1.0 g 的试样(精确至 0.000 2 g)于蒸馏烧瓶中,加约 35 mL 水,摇动使试料溶解,加入铬粉约 1.2 g,盐酸 7 mL,静置 5 min~10 min,插上梨形玻璃漏斗。置蒸馏烧瓶于通风橱内的还原加热装置上,加热至沸腾并泛起泡沫后 1 min,冷却至室温,小心加入 300 mL 水和防溅棒,将蒸馏烧瓶连接于蒸馏装置上。

注:以定氮合金还原为仲裁法。

### 6.3 蒸馏

向接收器中准确加入 40 mL 硫酸溶液  $\left[ c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) \approx 0.5 \text{ mol/L} \right]$  或 20 mL 硫酸溶液  $\left[ c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) \approx 1 \text{ mol/L} \right]$ ,4 滴~5 滴混合指示液,加水至略高于接收器双连球管末端以保证封闭气体出口,将接收器连接在蒸馏装置的直形冷凝管下端。

蒸馏装置的磨口连接处应涂硅脂密封。

连接好蒸馏烧瓶,通过蒸馏装置的滴液漏斗加入 20 mL 氢氧化钠溶液(4.4)(若采用铬粉还原法,应加入 50 mL 氢氧化钠溶液),在溶液将流尽时加入 20 mL~30 mL 水冲洗漏斗,剩 5 mL~10 mL 水时关闭活塞。静置 10 min 后开通冷却水,开始加热,沸腾时根据泡沫产生程度调节供热强度,避免泡沫溢出或液滴带出。蒸馏出至少 150 mL 馏出液后,把接收器稍微移开,冷凝管下端靠在接收器壁上,用 pH 试纸测试冷凝管出口的液滴,如无碱性结束蒸馏。

### 6.4 滴定

用氢氧化钠标准滴定溶液(4.6)返滴定过量硫酸溶液至指示液呈灰绿色为终点。

### 6.5 空白试验

在测定的同时,按同样步骤,使用同样的试剂,但不含试料进行平行测定。

### 6.6 核对试验

使用新配制的含 100 mg 氮的硝酸铵,按测定试料的相同条件进行。

## 7 分析结果的表述

### 7.1 分析结果的计算

总氮含量,以氮(N)的质量分数  $w$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{c(V_1 - V_2) \times 14.01}{m \times 1000} \times 100 = \frac{c(V_1 - V_2)}{m} \times 1.401 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c$ ——测定及空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ ——空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——测定时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

## 前 言

本标准是硝酸磷肥、硝酸磷钾肥试验方法系列标准之一,下面列出了这些系列国家标准:

——GB/T 10511《硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》;

——GB/T 10512《硝酸磷肥中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法》;

——GB/T 10513《硝酸磷肥中游离水含量的测定 卡尔·费休法》;

——GB/T 10514《硝酸磷肥中游离水含量的测定 烘箱法》;

——GB/T 10515《硝酸磷肥粒度的测定》;

——GB/T 10516《硝酸磷肥颗粒平均抗压碎力的测定》。

本标准代替 GB/T 10511—1989《硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》。

本版与 GB/T 10511—1989 的主要差异是:

——试剂溶液、标准滴定溶液等的配制和标定方法均执行 HG/T 2843;

——将定氮合金还原改为仲裁法;

——在试剂和材料一章增加了安全警示的内容。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口并负责解释。

本标准起草单位:天脊煤化工集团有限公司、国家化肥质量监督检验中心(上海)。

本标准主要起草人:张家宏、王寅、李永平、郭炼红、杨一。

本标准于 1989 年首次发布。