



中华人民共和国国家标准

GB/T 10209.1—2008
代替 GB/T 10209.1—2001

磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法 第 1 部分：总氮含量

Determination of monoammonium phosphate and diammonium phosphate—
Part 1: Total nitrogen content

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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 10209《磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法》分为四个部分：

- 第 1 部分：总氮含量；
- 第 2 部分：磷含量；
- 第 3 部分：水分；
- 第 4 部分：粒度。

本部分是 GB/T 10209 的第 1 部分。

本部分代替 GB/T 10209.1—2001《磷酸一铵、磷酸二铵中总氮含量测定 蒸馏后滴定法》。

本版与前版的主要差异是：

- 标准名称由《磷酸一铵、磷酸二铵中总氮含量测定 蒸馏后滴定法》改为《磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法 第 1 部分：总氮含量》；
- 增加了安全警示的内容。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分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。

本部分起草单位：国家化肥质量监督检验中心(上海)、安徽六国化工股份有限公司。

本部分主要起草人：商照聪、黄化锋、周勇明、穆永峰、杨一。

本部分于 1988 年首次发布，2001 年第一次修订。

磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法

第 1 部分：总氮含量

1 范围

GB/T 10209 的本部分规定了采用蒸馏后滴定法测定磷酸一铵、磷酸二铵的总氮含量。
本部分适用于各种工艺生产的磷酸一铵、磷酸二铵中总氮含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 10209 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 2441.1—2008 尿素的测定方法 第 1 部分：总氮含量

HG/T 2843 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

3 原理

从碱性溶液中蒸馏出氨，用过量的硫酸溶液吸收，在甲基红-亚甲基蓝混合指示液存在下，用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

4 试剂和材料

下列的部分试剂和溶液具有腐蚀性，操作者应小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗或适合的方式进行处理，严重者应立即治疗。

本部分中所用试剂、溶液和水，在未注明规格和配制方法时，均应符合 HG/T 2843 的规定。

- 4.1 硫酸铵：优级纯，CAS 号 7783-20-2，使用前应于 105℃ 下干燥至恒量；
- 4.2 盐酸溶液：1+1；
- 4.3 氢氧化钠溶液：400 g/L；
- 4.4 硫酸溶液： $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 0.5 \text{ mol/L}$ 或 $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 1 \text{ mol/L}$ ；
- 4.5 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ ；
- 4.6 甲基红-亚甲基蓝混合指示液；
- 4.7 广泛 pH 试纸。

5 仪器

- 5.1 通常实验室用仪器；
- 5.2 蒸馏仪器：如 GB/T 2441.1—2008 中图 1 所示，或其他具有相同功效的定氮蒸馏仪器；
- 5.3 防溅棒：一根长约 100 mm，直径约 5 mm 的玻璃棒，一端套一根长约 25 mm 聚乙烯管；
- 5.4 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

6.1 测定

做两份试料的平行测定。

称取约 1 g 的试样(精确到 0.000 2 g)于蒸馏烧瓶中,加约 50 mL 水和 2 mL 盐酸溶液,摇匀,加水至约 400 mL,放入一根防溅棒。

向接收器中准确加入 40 mL 硫酸溶液 [$c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) \approx 0.5 \text{ mol/L}$] 或 20 mL 硫酸溶液 [$c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) \approx 1 \text{ mol/L}$], 4 滴~5 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液,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。

连接好蒸馏瓶,通过滴液漏斗加入 25 mL 氢氧化钠溶液(4.3),在溶液将流尽时加入 20 mL~30 mL 水冲洗漏斗,剩 3 mL~5 mL 水时关闭活塞。打开冷却水,开始加热。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。关闭热源。

用氢氧化钠标准滴定溶液(4.5)返滴定过量硫酸溶液至指示液呈灰绿色为终点。

6.2 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。

6.3 核对试验

使用新配制的含 100 mg 氮的硫酸铵,按测定试料的相同条件进行,定期核对仪器和方法的准确度。

7 分析结果的表述

7.1 分析结果的计算

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

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

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);

14.01——氮的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位;取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

7.2 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。