SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0840—1999

进出口尿素中含氮量的测定

Method for the determination of nitrogen content of urea for import and export

1999-12-30 发布　　2000-05-01 实施

中华人民共和国国家出入境检验检疫局　发布

前　　言

本标准与 SN/T 0736.5—1999《进口化肥检验方法　氮的测定方法》同样适用于进出口尿素中含氮量的测定，其特点是改进了消化方式，并采用定氮自动分析仪，缩短了检测时间，是一种快速测定方法。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国汕头出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：郭兰典、陈泽明、陈建毅。

中华人民共和国出人境检验检疫行业标准

进出口尿素中含氮量的测定

SN/T 0840—1999

Method for the determination of nitrogen content of urea for import and export

1 范围

本标准规定了采用微波增压消化、自动蒸馏滴定测定进出口尿素中含氮量的方法。

本方法适用于进出口尿素中含氮量的测定。

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

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

SN/T 0736.1—1997 进口化肥检验方法 取样和制样

3 取制样

按 SN/T 0736.1 取样和制样。

4 测定方法

4.1 原理

试样在微波炉中经加热增压消化，使尿素中的氮转化为氨态氮后，通过自动定氮分析仪测定其含氮量。

4.2 试剂和材料

本标准所使用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的实验室分析用水。

4.2.1 硫酸(1+1)溶液。

4.2.2 氢氧化钠溶液[40%(*m*/*m*)]。

4.2.3 盐酸标准滴定溶液[c(HCl)=0.2 mol/L]，按 GB/T 601 之规定配制和标定。

4.2.4 吸收液(硼酸溶液[1%(*m*/*m*)]与溴甲酚绿/甲基红指示剂混合液)：将 100 g 硼酸溶于 10 L 水中，加 100 mL 溴甲酚绿溶液(100 mg 溶于 100 mL 甲醇中)，加 70 mL 甲基红溶液(100 mg 溶于100 mL 甲醇中)。

4.3 仪器设备

4.3.1 微波消化炉，最大输出功率≥700 W。

4.3.2 消化罐加盖装置。

4.3.3 聚四氟乙烯消化罐(150 mL)。

4.3.4 玻璃消化管。

中华人民共和国国家出人境检验检疫局 1999-12-30 批准　　2000-05-01 实施

4.3.5 定氮自动分析仪。

4.4 分析步骤

4.4.1 微波增压消化

称取尿素试样约 0.2 g(准确至 0.000 1 g)于聚四氟乙烯消化罐中,加入 10 mL 硫酸溶液,加盖并用加盖装置拧紧,将平行试样同时放入微波炉转盘中,设定微波炉的功率参数使输出功率达到 700 W 或以上,消化 4 min。消化完毕后,取出,自然冷却或强制冷却至室温。

4.4.2 测定

将氢氧化钠、盐酸标准溶液、吸收液分别装入自动定氮分析仪的相应容器。用加盖装置拧开聚四氟乙烯消化罐盖,仔细将试液转移至玻璃消化管中,用定氮自动分析仪进行测定。

测定试样前先做空白试验。

5 分析结果的计算

$$\text{氮含量}(\%) = \frac{(V - V_0)c \times 0.014\ 01}{m} \times 100$$

式中:V——仪器自动滴定试样所耗盐酸标准溶液的体积,mL;

V_0——空白试验所耗盐酸标准溶液的体积,mL;

c——盐酸标准溶液浓度,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——试样质量,g。

6 精密度

用以下数值判断结果的可靠性(95%置信概率)。

6.1 重复性 r

同一操作者,同一样品重复测定两个结果的允许差为重复性 r。小于允许差,测定精密度合格,取平均值为最终值。大于或等于允许差,测定精密度不合格,要查明原因,重做试验。

6.2 再现性 R

同一样品,两个实验室各重复测定两次,得到平均值 $\bar{y}_1$ 与 $\bar{y}_2$,比较其允许差为 $\sqrt{R^2-r^2/2}$。小于允许差,测定精密度合格,取 $\bar{y}_1$ 与 $\bar{y}_2$ 的平均值为最终值。大于或等于允许差,测定精密度不合格,查明原因,重做试验。

6.3 尿素中氮含量测定结果的重复性 $r=0.3\%$,再现性 $R=0.5\%$。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口尿素中含氮量的测定
SN/T 0840—1999
*
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
版权专有　不得翻印
*
开本 880×1230　1/16　印张 1/2　字数 5 千字
2000年5月第一版　2000年5月第一次印刷
印数 1—2 000
*
书号：155066·2-13015　定价 6.00 元