ICS 65.080
B 10

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1116—2014
代替 NY/T 1116—2006

肥料　硝态氮、铵态氮、酰胺态氮含量的测定

Fertilizers—Determination of nitrate nitrogen, ammonium nitrogen, amide nitrogen contents

2014-03-24 发布　　2014-06-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准是对 NY/T 1116—2006《肥料中硝态氮含量的测定　紫外分光光度法》的修订。

本标准与 NY/T 1116—2006 的主要差异是：

——对标准名称进行了修改；

——增加了铵态氮含量、酰胺态氮含量测定方法；

——增加了质量浓度的换算方法；

——附录中增加了有机态氮含量测定方法。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：国家化肥质量监督检验中心（北京）、农业部肥料质量监督检验测试中心（杭州）。

本标准主要起草人：孙又宁、保万魁、刘蜜、钟杭、黄均明、侯晓娜。

本标准的历次版本发布情况为：

——NY/T 1116—2006。

肥料　硝态氮、铵态氮、酰胺态氮含量的测定

1　范围

本标准规定了肥料氮含量测定的紫外分光光度法、蒸馏后滴定法等试验方法。附录A规定了差减法测定肥料中有机态氮含量的试验方法。

本标准适用于固体或液体肥料中硝态氮、铵态氮、酰胺态氮含量的测定。本标准也适用于土壤调理剂。

2　规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

HG/T 3696　无机化工产品　化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备

NY/T 887　液体肥料　密度的测定

NY/T 2542　肥料　总氮含量的测定

3　硝态氮含量的测定　紫外分光光度法

3.1　原理

用盐酸溶液从试样中提取硝酸根离子，利用硝酸根发色团在紫外光区210 nm附近有明显吸收且吸光度大小与硝酸根离子浓度成正比的特性，测定硝态氮含量。

3.2　试剂和材料

所用试剂、水和溶液的配制，在未注明规格和配制方法时，均应按HG/T的3696规定执行。

3.2.1　盐酸溶液：1+1。

3.2.2　硝态氮标准储备溶液[$\rho(NO_3—N)=100$ mg/L]：准确称取经(110±2)℃烘至恒重的硝酸钾(KNO_3)0.721 8 g溶于水中，转移至1 000 mL容量瓶，用水定容。

3.3　仪器

3.3.1　通常实验室仪器。

3.3.2　紫外分光光度计，配1 cm石英比色皿。

3.3.3　振荡器。

3.4　分析步骤

3.4.1　试样的制备

固体样品缩分至约100 g，将其迅速研磨至全部通过0.50 mm孔径试验筛(如样品潮湿，可通过1.00 mm试验筛)，混合均匀，置于洁净、干燥容器中；液体样品经多次摇动后，迅速取出约100 mL，置于洁净、干燥容器中。

3.4.2　试样溶液的制备

称取试样0.5 g～2 g(精确至0.000 1 g)于250 mL容量瓶中，加入25 mL水和25 mL盐酸溶液(3.2.1)，混合，静置至无气体放出。加入约100 mL水，在振荡器(3.3.3)上振荡30 min(振荡频率以容量瓶内试样能自由翻动即可)。加水定容，混匀，干过滤，待测。

3.4.3　工作曲线的绘制

吸取硝态氮标准储备溶液(3.2.2)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL

分别加入7个50 mL容量瓶中，用水定容，混匀。此标准系列溶液硝态氮的质量浓度分别为0 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、4.00 mg/L、5.00 mg/L、6.00 mg/L。在紫外分光光度计(3.3.2)210 nm波长处用1 cm石英比色皿进行比色，以0 mg/L的标准溶液调零，测定各标准溶液吸光度。以标准系列溶液中硝态氮的质量浓度(mg/L)为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

3.4.4 测定

吸取含硝态氮0.1 mg～0.6 mg的试样溶液于100 mL容量瓶中，用水定容，混匀。在与测定标准系列溶液相同的条件下，以空白试验溶液调零，测定试样溶液吸光度，在工作曲线上查出相应硝态氮的质量浓度(mg/L)。

3.4.5 空白试验

除不加试样外，其他步骤同试样溶液。

3.5 分析结果的表述

硝态氮(NO_3—N)含量以质量分数ω_1计，数值以百分率表示，按式(1)计算。

$$\omega_1 = \frac{\rho DV}{m \times 10^6} \times 100\% \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

ρ ——由工作曲线查出的试样溶液硝态氮质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

D ——测定时试样溶液的稀释倍数；

V ——试样溶液总体积，单位为毫升(mL)；

m ——试料的质量，单位为克(g)；

10^6——将克换算成微克的系数，单位为微克每克(μg/g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

3.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.15%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.30%。

4 铵态氮含量的测定 蒸馏后滴定法

4.1 蒸馏后返滴定法

4.1.1 原理

在弱碱性条件下蒸馏，将氨吸收在过量硫酸溶液中，在甲基红—亚甲基蓝混合指示剂存在下，用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定，测定铵态氮含量。

4.1.2 试剂和材料

所用试剂、水和溶液的配制，在未注明规格和配制方法时，均应按HG/T 3696规定执行。

4.1.2.1 氧化镁。

4.1.2.2 硫酸溶液：$c(1/2H_2SO_4) = 0.5$ mol/L。

4.1.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液：$c(NaOH) = 0.5$ mol/L。

4.1.2.4 甲基红—亚甲基蓝混合指示剂：在约50 mL乙醇中，加入0.10 g甲基红、0.05 g亚甲基蓝，溶解后，用乙醇稀释到100 mL，混匀。

4.1.3 仪器

4.1.3.1 通常实验室仪器。

4.1.3.2 定氮蒸馏仪或具有相同功效的蒸馏装置。

4.1.4 试样的制备

固体样品缩分至约100 g，将其迅速研磨至全部通过0.50 mm孔径试验筛(如样品潮湿，可通过

1.00 mm 试验筛），混合均匀，置于洁净、干燥容器中；液体样品经多次摇动后，迅速取出约 100 mL，置于洁净、干燥容器中。

4.1.5 试样溶液的制备与蒸馏

称取试样约 1 g（精确至 0.000 1 g）于消化（蒸馏）管中，加入约 70 mL 水，摇动，使试料溶解。于 500 mL 锥形瓶中准确加入 50.0 mL 硫酸溶液（4.1.2.2）和 4 滴～5 滴甲基红—亚甲基蓝混合指示剂（4.1.2.4），放置锥形瓶于蒸馏仪器氨液接收托盘上。往消化（蒸馏）管中加入约 1 g 氧化镁（4.1.2.1），迅速将其与定氮蒸馏仪（4.1.3.2）蒸馏头相连接并开始蒸馏。当蒸馏液至锥形瓶 200 mL 刻度时，停止蒸馏。

4.1.6 滴定

用氢氧化钠标准滴定溶液（4.1.2.3）返滴定过量的硫酸至溶液刚呈灰绿色。

4.1.7 空白试验

除不加试样外，其他步骤同试样溶液。

4.1.8 分析结果的表述

铵态氮（NH_4^+—N）含量以质量分数 ω_2 计，数值以百分率表示，按式（2）计算。

$$\omega_2 = \frac{(V_1 - V_2)c \times 0.014\,01}{m} \times 100\% \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

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

V_2 ——测定试样时，使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——试样及空白试验时，使用氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

0.014 01——氮的毫摩尔质量，单位为克每毫摩尔（g/mmol）；

m ——试料的质量，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

4.1.9 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%。

4.2 蒸馏后直接滴定法

4.2.1 原理

在弱碱性条件下蒸馏，将氨吸收在硼酸溶液中，在甲基红—溴甲酚绿混合指示剂存在下，用硫酸标准滴定溶液直接滴定，测定铵态氮含量。

4.2.2 试剂和材料

所用试剂、水和溶液的配制，在未注明规格和配制方法时，均应按 HG/T 3696 规定执行。

4.2.2.1 氧化镁。

4.2.2.2 硼酸溶液：$\rho(H_3BO_3) = 20$ g/L。

4.2.2.3 硫酸标准滴定溶液：$c(1/2H_2SO_4) = 0.5$ mol/L。

4.2.2.4 甲基红—溴甲酚绿混合指示剂：在约 50 mL 乙醇中，加入 0.07 g 甲基红、0.10 g 溴甲酚绿，溶解后，用乙醇稀释到 100 mL，混匀。

4.2.3 仪器

同 4.1.3。

4.2.4 试样的制备

同 4.1.4。

4.2.5 试样溶液的制备与蒸馏

除于 500 mL 锥形瓶中加入 50 mL 硼酸溶液(4.2.2.2)和 4 滴～5 滴甲基红—溴甲酚绿混合指示剂(4.2.2.4)外,其他同 4.1.5。

4.2.6 滴定

用硫酸标准滴定溶液(4.2.2.3)直接滴定接收液至溶液刚呈紫红色。

4.2.7 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液。

4.2.8 分析结果的表述

铵态氮(NH_4^+—N)含量以质量分数 ω_2 计,数值以百分率表示,按式(3)计算。

$$\omega_2 = \frac{(V_2 - V_1)c \times 0.014\,01}{m} \times 100\% \quad \cdots\cdots (3)$$

式中:

V_2 ——测定试样时,使用硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——空白试验时,使用硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——试样及空白试验时,使用硫酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.014 01——氮的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

4.2.9 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%。

5 酰胺态氮含量的测定 差减法

酰胺态氮含量为总氮与硝态氮、铵态氮含量的差值。其中总氮含量的测定按 NY/T 2542 的规定执行,硝态氮和铵态氮含量的测定分别按 3 和 4 的规定执行。

注:本方法适用于仅含铵态氮、硝态氮和酰胺态氮三种形态氮或其中两种形态氮的样品。

6 质量浓度的换算

液体试样氮含量以质量浓度 ρ(N)计,单位为克每升(g/L)表示,按式(4)计算。

$$\rho(N) = 1\,000\omega\rho \quad \cdots\cdots (4)$$

式中:

1 000 ——将克每毫升换算为克每升的系数,单位为毫升每升(mL/L);

ω ——试样中氮(N)的质量分数;

ρ ——液体试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

结果保留到小数点后一位。

液体试样密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。

附 录 A
（规范性附录）
有机态氮含量的测定 差减法

A.1 范围

附录A规定了肥料中有机态氮含量测定的试验方法。

附录A适用于经发酵降解的固体肥料。本附录也适用于固体土壤调理剂。

A.2 试剂和材料

所用试剂、水和溶液的配制，在未注明规格和配制方法时，均应按HG/T 3696的规定执行。

A.2.1 硫酸。

A.2.2 混合催化剂：分别将1 000 g硫酸钾和50 g五水硫酸铜研磨，并充分混合。

A.2.3 硼酸溶液：$\rho(H_3BO_3) = 20$ g/L。

A.2.4 氢氧化钠溶液：$\rho(NaOH) = 400$ g/L。

A.2.5 硫酸溶液：$c(1/2H_2SO_4) = 0.5$ mol/L。

A.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液：$c(NaOH) = 0.5$ mol/L。

A.2.7 硫酸标准滴定溶液：$c(1/2H_2SO_4) = 0.5$ mol/L。

A.2.8 甲基红—亚甲基蓝混合指示剂：在约50 mL乙醇中，加入0.10 g甲基红、0.05 g亚甲基蓝，溶解后，用乙醇稀释到100 mL，混匀。

A.2.9 甲基红—溴甲酚绿混合指示剂：在约50 mL乙醇中，加入0.07 g甲基红、0.10 g溴甲酚绿，溶解后，用乙醇稀释到100 mL，混匀。

A.2.10 广泛pH试纸。

A.3 仪器

A.3.1 通常实验室仪器。

A.3.2 振荡器。

A.3.3 温度可达400℃的多孔消化仪。

A.3.4 定氮蒸馏仪或具有相同功效的蒸馏装置。

A.4 试样的制备

固体样品缩分至约100 g，将其迅速研磨至全部通过0.50 mm孔径试验筛（如样品潮湿，可通过1.00 mm试验筛），混合均匀，置于洁净、干燥容器中；液体样品经多次摇动后，迅速取出约100 mL，置于洁净、干燥容器中。

A.5 试样溶液的制备

A.5.1 试样溶液A

称取试样约2 g（精确至0.000 1 g）于100 mL容量瓶中，加入约50 mL水，在振荡器（A.3.2）中振

荡 15 min(振荡频率以容量瓶内试样能自由翻动即可),用水定容,干过滤,弃去最初几毫升滤液,滤液待测。吸取 20 mL 滤液于消化(蒸馏)管中,加入 2 g 混合催化剂(A.2.2)和 10 mL 硫酸(A.2.1),插上长颈玻璃漏斗,置于 380℃的消化仪(A.3.3)上,加热至硫酸发白烟 20 min,取下,冷却至室温后小心加入约 70 mL 水。此试样溶液用于测定氮的质量分数 ω_3。

A.5.2 试样溶液 B

称取含氮不大于 235 mg 的试样 0.2 g～2 g(精确至 0.000 1 g)于消化(蒸馏)管中,加入 2 g 混合催化剂(A.2.2),小心加入 10 mL 硫酸(A.2.1),插上长颈玻璃漏斗,置于消化仪(A.3.3)上,温度设为 380℃,消化至呈清亮或灰白色后,再加热 20 min 后停止,待消化(蒸馏)管冷却至室温后小心加入约 70 mL 水。此试样溶液用于测定氮的质量分数 ω_4。

A.6 蒸馏与滴定

A.6.1 蒸馏后返滴定法

于 500 mL 锥形瓶中准确加入 50.0 mL 硫酸溶液(A.2.5),以及 4 滴～5 滴甲基红—亚甲基蓝混合指示剂(A.2.8),放置锥形瓶于蒸馏仪器氨液接收托盘上。将盛有已制备好的试样溶液的消化(蒸馏)管分别与仪器蒸馏头相连接,加入氢氧化钠溶液(A.2.4),蒸馏。当蒸馏液达到 300 mL 以上时,用 pH 试纸(A.2.10)检查氨液输出管口的液滴,如不显示碱性则结束蒸馏。用氢氧化钠标准滴定溶液(A.2.6)返滴定过量的硫酸至溶液刚呈灰绿色。

A.6.2 蒸馏后直接滴定法

除于 500 mL 锥形瓶中加入 50 mL 硼酸溶液(A.2.3)和 4 滴～5 滴甲基红—溴甲酚绿混合指示剂(A.2.9)外,其他同 A.6.1。用硫酸标准滴定溶液(A.2.7)直接滴定接收液至溶液刚呈紫红色。

A.7 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样溶液。

A.8 分析结果的表述

A.8.1 蒸馏后返滴定法

试样溶液 A 中氮(N)含量以质量分数 ω_3 计,数值以百分率表示,结果按式(A.1)计算。

$$\omega_3 = \frac{(V_1 - V_2)c_1 D \times 0.014\,01}{m} \times 100\% \quad \cdots\cdots (A.1)$$

试样溶液 B 中氮(N)含量以质量分数 ω_4 计,数值以百分率表示,结果按式(A.2)计算。

$$\omega_4 = \frac{(V_1 - V_2)c_1 \times 0.014\,01}{m} \times 100\% \quad \cdots\cdots (A.2)$$

式中:

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

V_2 ——测定试样时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_1 ——试样及空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

D ——测定时溶液的分取倍数;

0.014 01——氮的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后两位。

A.8.2 蒸馏后直接滴定法

试样溶液 A 中氮(N)含量以质量分数 ω_3 计,数值以百分率表示,结果按式(A.3)计算。

$$\omega_3 = \frac{(V_3 - V_4)c_2 D \times 0.014\,01}{m} \times 100\% \quad \cdots\cdots (A.3)$$

试样溶液B中氮(N)含量以质量分数ω_4计，数值以百分率表示，结果按式（A.4）计算。

$$\omega_4 = \frac{(V_3 - V_4)c_2 \times 0.014\,01}{m} \times 100\% \quad \cdots\cdots (A.4)$$

式中：

V_3 ——测定试样时，使用硫酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_4 ——空白试验时，使用硫酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c_2 ——试样及空白试验时，使用硫酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

D ——测定时溶液的分取倍数；

0.014 01——氮的毫摩尔质量，单位为克每毫摩尔(g/mmol)；

m ——试料的质量，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

A.8.3 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.30%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.50%。

A.9 有机氮含量的计算

有机氮含量以质量分数ω_5计，数值以百分率表示，按式（A.5）计算。

$$\omega_5 = \omega_4 - \omega_3 \quad \cdots\cdots (A.5)$$

中华人民共和国
农业行业标准
肥料　硝态氮、铵态氮、酰胺态氮含量的测定
NY/T 1116—2014
*　　*　　*
中国农业出版社出版
（北京市朝阳区麦子店街18号楼）
（邮政编码：100125　　网址：www.ccap.com.cn）
中国农业出版社印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行　各地新华书店经销
*　　*　　*
开本 880mm×1230mm 1/16　　印张 0.75　　字数 15千字
2014年6月第1版　　2014年6月北京第1次印刷
书号：16109·3124
定价：18.00元

版权专有　侵权必究
举报电话：(010) 65005894

NY/T 1116—2014