

中华人民共和国国家标准

GB/T 609—2018
代替 GB/T 609—2006

化学试剂 总氮量测定通用方法

Chemical reagent—General method for the determination of total nitrogen

(ISO 6353-1:1982, Reagents for chemical analysis—
Part 1: General test methods, NEQ)

2018-06-07 发布

2019-01-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 609—2006《化学试剂 总氮量测定通用方法》，与 GB/T 609—2006 相比主要技术变化如下：

- 增加了水杨酸-次氯酸盐比色法(见第 1 章、3.2、4.4.2)；
- 增加了试验制剂的制备(见 4.2)；
- 增加了蒸馏装置示意图(见图 1)；
- 纳氏试剂比色法增加了分光光度法(见 4.4.1.2)。

本标准使用重新起草法参考 ISO 6353-1:1982《化学分析试剂 第 1 部分:通用试验方法》中 GM6 “总氮量”编制,与 ISO 6353-1:1982 的一致性程度为非等效。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准负责起草单位:广东光华科技股份有限公司、广东省汕头市质量计量监督检测所、泰州市产品质量监督检验院。

本标准主要起草人:周一朗、王身连、张志斌、张民、郑增尧、刘莉、黄让明、李钲、高俊伟、王爱霞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 609—1965、GB/T 609—1977、GB/T 609—1988、GB/T 609—2006。

化学试剂 总氮量测定通用方法

1 范围

本标准规定了用纳氏试剂比色法和水杨酸-次氯酸盐比色法测定微量无机氮化合物总量的通用方法。

本标准适用于化学试剂中微量无机氮化合物(包括硝酸盐、亚硝酸盐及铵盐)总量的测定。纳氏试剂目视比色法和分光光度法的检测范围为 $0.05 \mu\text{g/mL} \sim 0.8 \mu\text{g/mL}$ (以 N 计);水杨酸-次氯酸盐目视比色法和分光光度法的检测范围为 $0.04 \mu\text{g/mL} \sim 1 \mu\text{g/mL}$ (以 N 计)。

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。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 方法原理

3.1 纳氏试剂比色法

在碱性溶液中,定氮合金将样品中的硝酸盐、亚硝酸盐还原为氨或铵离子,将氨从碱性溶液中蒸出后,与纳氏试剂反应生成黄色化合物,用目视比色法或分光光度法测定。

3.2 水杨酸-次氯酸盐比色法

在碱性溶液中,定氮合金将样品中的硝酸盐、亚硝酸盐还原为氨或铵离子,将氨从碱性溶液中蒸出后,在亚硝基铁氰化钠存在下,铵与水杨酸-次氯酸盐反应生成蓝色化合物,用目视比色法或分光光度法测定。

4 试验

警示——本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和健康措施。

4.1 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,试验用水应符合 GB/T 6682 中二级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称取,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

4.2 试验试剂的制备

4.2.1 显色液

称取 50 g 水杨酸,加入 320 mL 氢氧化钠溶液(1 mol/L),搅拌使之溶解。若未能溶解完全,可再加入数毫升氢氧化钠溶液(1 mol/L)。用硫酸溶液(1 mol/L)或氢氧化钠溶液(1 mol/L)调节溶液的 pH 值为 6.0~6.5。称取 50 g 四水合酒石酸钾钠,溶于水后与上述溶液合并,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

本制剂存放于棕色玻璃瓶中,有效期 6 个月。

4.2.2 亚硝基铁氰化钠溶液(10 g/L)

称取 1 g 二水合亚硝基铁氰化钠,溶于 80 mL 水中,稀释至 100 mL。

本制剂存放于黑色塑料瓶中,于暗处密封保存,有效期 1 个月。

4.2.3 次氯酸钠原液

可购买商品试剂,亦可实验室制备(制备方法见附录 A)。

本试剂避光存放于塑料瓶中。每次使用前应测定有效氯质量浓度和游离碱质量浓度(测定方法见附录 A)。

4.2.4 次氯酸钠溶液

取已知质量浓度的次氯酸钠原液(4.2.3),用水和氢氧化钠溶液(1 mol/L)稀释,使该溶液有效氯质量浓度为 3.5 g/L、游离碱质量浓度为 0.75 mol/L。

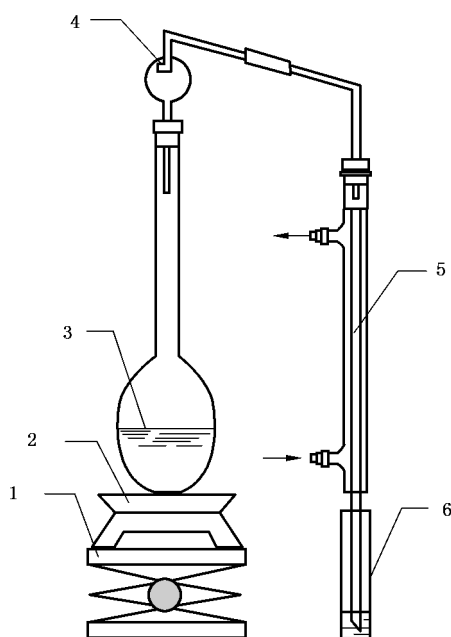
本制剂存放于黑色塑料瓶中,于暗处密封保存,有效期 1 个月。

4.3 仪器

4.3.1 一般实验室仪器。

4.3.2 蒸馏装置,见图 1。

4.3.3 分光光度计,应符合 GB/T 9721 的规定。



说明:

- 1——升降台架;
- 2——电炉(1 000 W~1 500 W,可调电压或可调温);
- 3——凯氏定氮瓶(250 mL);
- 4——安全球;
- 5——冷凝器(长 200 mm);
- 6——比色管(100 mL)。

图 1 蒸馏装置示意图

4.4 测定

4.4.1 纳氏试剂比色法

4.4.1.1 目视比色法

按产品标准的规定取样并制备样品溶液,稀释至 140 mL,置于凯氏定氮瓶中,加 5 mL 氢氧化钠溶液(320 g/L)、1.0 g 定氮合金,静置 1 h。加热蒸馏出约 75 mL,用盛有 5 mL 硫酸溶液(0.5 %)的 100 mL 比色管接收。加 3 mL 氢氧化钠溶液(320 g/L)、2 mL 纳氏试剂,稀释至 100 mL,摇匀。溶液所呈黄色与标准比色溶液比较。

标准比色溶液的制备是取规定质量的氮(N)标准溶液,稀释至 140 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

4.4.1.2 分光光度法

4.4.1.2.1 标准比色溶液的配制及测定

依据产品标准的规定,配制 4 个~5 个质量浓度成比例的氮(N)标准溶液,稀释至 140 mL,置于凯氏定氮瓶中,加 5 mL 氢氧化钠溶液(320 g/L)、1.0 g 定氮合金,静置 1 h。加热蒸馏出约 75 mL,用盛有

5 mL 硫酸溶液(0.5%)的 100 mL 比色管接收。加 3 mL 氢氧化钠溶液(320 g/L)、2 mL 纳氏试剂,稀释至 100 mL,摇匀。同时做试剂空白试验。用分光光度计在 410 nm 波长处,用 1 cm 比色皿,以试剂空白为参比,进行吸光度的测定。

4.4.1.2.2 标准工作曲线的绘制

以氮标准溶液的质量浓度为横坐标,对应吸光度为纵坐标,绘制标准工作曲线。

4.4.1.2.3 样品的测定及计算

按产品标准的规定取样并制备样品溶液,稀释至 140 mL,操作同 4.4.1.2.1。以试剂空白为参比,进行吸光度的测量。在绘制的标准工作曲线上查得对应的氮质量浓度。

总氮量的质量分数 w ,按式(1)计算:

$$w = \frac{\rho \times V \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——样品溶液氮质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——样品溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——样品质量,单位为克(g)。

4.4.2 水杨酸-次氯酸盐比色法

4.4.2.1 目视比色法

按产品标准的规定取样并制备样品溶液,稀释至 140 mL,置于凯氏定氮瓶中,加 5 mL 氢氧化钠溶液(320 g/L)、1.0 g 定氮合金,静置 1 h。加热蒸馏出约 75 mL,用盛有 5 mL 硫酸溶液(0.5%)的 100 mL 比色管接收。加 10 mL 显色液和 1.0 mL 亚硝基铁氰化钠溶液(10 g/L),摇匀。滴加 1.0 mL 次氯酸钠溶液,稀释至 100 mL,摇匀,于暗处放置 1 h。溶液所呈蓝色与标准比色溶液比较。

标准比色溶液的制备是取规定质量的氮(N)标准溶液,稀释至 140 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

4.4.2.2 分光光度法

4.4.2.2.1 标准比色溶液的配制及测定

依据产品标准的规定,配制 4 个~5 个质量浓度成比例的氮(N)标准溶液,稀释至 140 mL,置于凯氏定氮瓶中,加 5 mL 氢氧化钠溶液(320 g/L)、1.0 g 定氮合金,静置 1 h。加热蒸馏出约 75 mL,用盛有 5 mL 硫酸溶液(0.5%)的 100 mL 比色管接收。加 10 mL 显色液和 1.0 mL 亚硝基铁氰化钠溶液(10 g/L),摇匀。滴加 1.0 mL 次氯酸钠溶液,稀释至 100 mL,摇匀,于暗处放置 1 h。同时做试剂空白试验。用分光光度计在 700 nm 波长处,用 1 cm 比色皿,以试剂空白为参比,进行吸光度的测定。

4.4.2.2.2 标准工作曲线的绘制

以氮标准溶液的质量浓度为横坐标,对应吸光度为纵坐标,绘制标准工作曲线。

4.4.2.2.3 样品的测定及计算

按产品标准的规定取样并制备样品溶液,稀释至 140 mL,操作同 4.4.2.2.1。以试剂空白为参比,进行吸光度的测量。在绘制的标准工作曲线上查得对应的氮质量浓度。

计算同 4.4.1.2.3。

附 录 A
(规范性附录)

次氯酸钠原液的制备方法及其有效氯质量浓度和游离碱质量浓度的测定

A.1 制备方法

将盐酸逐滴作用于高锰酸钾固体,将逸出的氯气导入氢氧化钠溶液(2 mol/L)中吸收,得到淡草绿色的次氯酸钠原液,存放于塑料瓶中并避光放置。该溶液不稳定,使用前应测定其有效氯浓度。

A.2 有效氯质量浓度的测定

量取 10.00 mL 次氯酸钠原液,置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。移取 10.00 mL,置于 250 mL 碘量瓶中,加入 40 mL 水、2 g 碘化钾,摇匀。加 10 mL 硫酸溶液(20%),加盖水封,摇匀,于暗处放置 5 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈淡黄色,加入 1 mL 淀粉指示液(10 g/L),继续滴定至溶液的蓝色消失。同时做空白试验。

有效氯质量浓度,按式(A.1)计算:

$$\rho = \frac{(V - V_0) \times c \times M}{V_1 \times \frac{10}{100}} \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

- ρ ——有效氯质量浓度,单位为克每升(g/L);
- V ——硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——氯的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\frac{1}{2}\text{Cl}_2) = 35.45 \text{ g/mol}$];
- V_1 ——次氯酸钠原液体积,单位为毫升(mL)。

A.3 游离碱质量浓度的测定


量取 1.00 mL 次氯酸钠原液,加入 20 mL 水,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液的粉红色完全消失。如果终点的颜色变化不明显,可在滴定后的溶液中再加 1 滴酚酞指示液(10 g/L),若颜色仍显粉红色,则继续用盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至无色。

游离碱(以 NaOH 计)质量浓度,按式(A.2)计算:

$$c = \frac{V_1 \times c_1}{V_2} \quad \dots\dots\dots(\text{A.2})$$

式中:

- c ——游离碱(以 NaOH 计)质量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——盐酸标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- c_1 ——盐酸标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——次氯酸钠原液体积,单位为毫升(mL)。

 **版权声明**

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国质检出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 609-2018
购买者: YTFMT
订单号: 0100180627022292
防伪号: 2018-0627-0835-3381-1546
时 间: 2018-06-27
定 价: 21元



GB/T 609-2018

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化学试剂 总氮量测定通用方法
GB/T 609—2018

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2018年6月第一版

*

书号: 155066·1-60292

版权专有 侵权必究