



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 2441.4—2010  
代替 GB/T 2441.4—2001

## 尿素的测定方法 第4部分：铁含量 邻菲啰啉分光光度法

Determination of urea—

Part 4: Iron content—1,10-Phenanthroline spectrophotometric method

(ISO 6685:1982, Chemical products for industrial use—  
General method for determination of iron content—  
1,10-Phenanthroline spectrophotometric method, MOD)

2010-06-30 发布

2011-01-01 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

## 前　　言

GB/T 2441《尿素的测定方法》分为以下九个部分：

- 第 1 部分：总氮含量；
- 第 2 部分：缩二脲含量 分光光度法；
- 第 3 部分：水分 卡尔·费休法；
- 第 4 部分：铁含量 邻菲啰啉分光光度法；
- 第 5 部分：碱度 容量法；
- 第 6 部分：水不溶物含量 重量法；
- 第 7 部分：粒度 筛分法；
- 第 8 部分：硫酸盐含量 目视比浊法；
- 第 9 部分：亚甲基二脲含量 分光光度法。

本部分为 GB/T 2441 的第 4 部分。

本部分修改采用 ISO 6685:1982(E)《工业用化学品铁含量测定的通用方法 邻菲啰啉分光光度法》。

本部分与 ISO 6685:1982(E)的技术性差异如下：

- 试剂和溶液中对部分试剂溶液浓度进行了修改；
- 仪器中吸收池修改为 3 cm 或 1 cm。

本部分代替 GB/T 2441.4—2001《尿素测定方法 铁含量的测定 邻菲啰啉分光光度法》。

本部分与 GB/T 2441.4—2001 相比主要变化如下：

- 删除了 ISO 前言。

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。

本部分起草单位：国家化肥质量监督检验中心(上海)。

本部分主要起草人：张求真、房朋。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 2445—1981, GB/T 2445—1991, GB/T 2441.4—2001。

# 尿素的测定方法

## 第 4 部分: 铁含量

### 邻菲啰啉分光光度法

#### 1 范围

GB/T 2441 的本部分规定了用邻菲啰啉分光光度法测定工业用尿素中铁含量。本部分适用于由氨和二氧化碳合成制得的尿素铁含量的测定。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过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。

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

用抗坏血酸将试液中的三价铁离子还原为二价铁离子,在 pH 值为 2~9 时(本标准选择 pH 值为 4.5),二价铁离子与邻菲啰啉生成橙红色配合物,在吸收波长 510 nm 处,用分光光度计测定其吸光度。

#### 4 试剂和溶液

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 盐酸溶液,1+1;

4.2 氨水溶液,1+1;

4.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,pH≈4.5;

4.4 抗坏血酸溶液,20 g/L(该溶液使用期限 10 d);

4.5 邻菲啰啉溶液,2 g/L;

4.6 铁标准溶液,0.100 mg/mL;

4.7 铁标准溶液,0.010 mg/mL,用铁标准溶液(4.6),稀释 10 倍,只限当日使用。

#### 5 仪器

5.1 通常实验室用仪器;

5.2 分光光度计,带有 3 cm 或 1 cm 的吸收池。

#### 6 分析步骤

做两份试料的平行测定。

##### 6.1 标准曲线的绘制

###### 6.1.1 标准比色溶液的制备

按表 1 所示,在 7 个 100 mL 量瓶中,分别加入给定体积的铁标准溶液(4.7)。

每个量瓶都按下述规定同时同样处理：

加水至约 40 mL,用盐酸溶液调整溶液的 pH 接近 2,加 2.5 mL 抗坏血酸溶液、10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、5 mL 邻菲啰啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 1 铁标准溶液加入量

铁标准溶液用量/mL	对应的铁含量/ $\mu\text{g}$
0	0
1.00	10.0
2.00	20.0
4.00	40.0
6.00	60.0
8.00	80.0
10.00	100.0

### 6.1.2 吸光度测定

以铁含量为零的溶液作为参比溶液，在波长 510 nm 处，用 1 cm 或 3 cm 吸收池在分光光度计测定标准比色溶液(6.1.1)的吸光度。

### 6.1.3 标准曲线的绘制

以 100 mL 标准比色溶液中铁含量( $\mu\text{g}$ )为横坐标, 相应的吸光度为纵坐标作图, 或求线性回归方程。

## 6.2 测定

### 6.2.1 试液制备

称取约 10 g 实验室样品(精确到 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中,加少量水使试料溶解,加入 10 mL 盐酸溶液,加热煮沸,并保持稳定 3 min,冷却后,将试液定量过滤于 100 mL 烧杯中,用少量水洗涤几次,使溶液体积约为 40 mL。

用氨水溶液调整溶液的 pH 约为 2, 将溶液定量转移到 100 mL 量瓶中, 加 2.5 mL 抗坏血酸溶液, 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液, 5 mL 邻菲啰啉溶液, 用水稀至刻度, 混匀。

注：若试料含铁量 $\leqslant 15 \mu\text{g}$ ，可在调整 pH 前加入 5.00 mL 铁标准溶液(4.7)，然后在结果中扣除。

### 6.2.2 空白试验

按上述操作步骤进行空白试验，除不加试料外，操作手续和应用的试剂与测定时相同。

### 6.2.3 吸光度测定

与标准曲线绘制步骤相同,对试液和空白试验溶液进行吸光度的测定。

7 分析结果的表述

从标准曲线查出所测吸光度对应的铁含量或由曲线系数求出铁含量。

铁(Fe)含量  $w$ , 以质量分数(%)表示, 按式(1)计算:

式中：

$m_1$ ——试料中测得铁的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——空白试验所测得的铁的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后五位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

## 8 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于 100%。

