

ICS 65.080
G 20



中华人民共和国国家标准

GB/T 2441.9—2010
代替 GB/T 2441.9—2001

尿素的测定方法 第 9 部分：亚甲基二脲含量 分光光度法

Determination of urea—

Part 9: Methylenediurea content—Spectrophotometric method

MACY 专业光度计系列生产厂家
MACY INSTRUMENT
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

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 邻菲罗啉分光光度法；
- 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 9 部分。

本部分代替 GB/T 2441.9—2001《尿素测定方法 亚甲基二脲含量的测定 分光光度法》。

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、孙丹。

本部分于 2001 年首次发布。

M 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

尿素的测定方法

第 9 部分：亚甲基二脲含量 分光光度法

1 范围

GB/T 2441 的本部分规定了用萘二磺酸二钠盐(变色酸)法测定尿素中亚甲基二脲含量。本部分仅适用于尿素中含少量亚甲基二脲含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 2441 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。

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

在浓硫酸作用下,尿素中亚甲基二脲分解生成甲醛与尿素,生成的甲醛与萘二磺酸二钠盐(变色酸)反应,生成紫红色配合物,在吸收波长 570 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 硫酸。

4.2 萘二磺酸二钠盐(变色酸)溶液(10 g/L)

溶解 1 g 萘二磺酸二钠盐(变色酸)在 100 mL 水中(溶液贮存于棕色瓶中,10 天内稳定)。

4.3 甲醛标准溶液

4.3.1 甲醛含量测定:量取 50 mL 亚硫酸钠溶液(126 g/L),置于 250 mL 锥形瓶中,加 3 滴百里香酚酞指示液(1 g/L),用硫酸标准滴定溶液 $[c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}]$ 滴定至无色。称取 3 mL 甲醛溶液(称准至 0.000 2 g),置于上述溶液中,摇匀,用硫酸标准滴定溶液 $[c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}]$ 滴定至溶液由蓝色变为无色。

甲醛(HCHO)含量 w_1 ,以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c \times V \times 0.030\ 03 \times 100}{m_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——硫酸标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——消耗硫酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m_1 ——甲醛溶液的质量的数值,单位为克(g);

0.030 03——甲醛的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

4.3.2 甲醛标准溶液 1 mg/mL 制备:根据式(2)计算,称取甲醛溶液(4.3.1),置于 1 000 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

甲醛溶液质量(m_2)计算:

$$m_2 = \frac{1.000}{w_1} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w_1 ——甲醛含量的数值,以质量分数(%)表示;

1.000——1 000 mL 甲醛标准溶液中含甲醛的质量的数值,单位为克(g)。

4.3.3 甲醛标准溶液(0.02 mg/mL)制备:移取 10.0 mL 甲醛标准溶液(4.3.2),置于 500 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀(此溶液使用前制备)。

5 仪器

- 5.1 通常实验室用仪器;
- 5.2 分光光度计,带有 1 cm 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,在 6 个 100 mL 量瓶中,分别加入甲醛标准溶液(4.3.3)。

表 1 甲醛标准溶液加入量

甲醛标准溶液/mL	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00
对应甲醛含量/mg	0.00	0.01	0.02	0.04	0.06	0.08

每个量瓶都按下述规定同时处理:

加入 1 mL 萘二磺酸二钠盐(变色酸)溶液,靠壁缓慢加入 10 mL 硫酸,摇匀,静置 15 min。小心加水稀释至约 80 mL,摇匀。待再次冷却后,用水稀释至刻度,摇匀。

6.1.2 吸光度测定

以甲醛含量为零的溶液为参比溶液,在波长 570 nm 处,用分光光度计测定各标准比色溶液(6.1.1)的吸光度。

6.1.3 标准曲线的绘制

以 100 mL 标准比色溶液中甲醛含量(mg)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

按表 2 称取试样(称准至 0.000 2 g),置于 100 mL 的烧杯中,加少量水使试料溶解,定量转移到 500 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀后移取 5.0 mL 于 100 mL 量瓶中。以下操作按 6.1.1 步骤进行显色反应。

表 2 实验室样品的称取量

亚甲基二脒 $w/\%$	$w \leq 0.10$	$0.10 < w \leq 0.15$	$0.15 < w \leq 0.20$	$0.20 < w \leq 0.40$	$w > 0.40$
试料质量/g	6	4	3	2	1

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,操作步骤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甲醛的量或由曲线系数求出甲醛的量。

亚甲基二脲(HCHO)含量 w ,以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$w = \frac{(m_4 - m_3) \times 10^{-3}}{m \times 5/500} \times 100 = \frac{m_4 - m_3}{m} \times 10 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_4 ——试料中测得缩二脲的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_3 ——空白试验所测得的缩二脲的质量的数值,单位为毫克(mg);

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两位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

8 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.08%。

M **MACY** **美析仪器**
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
中华人民共和国
国家标准
尿素的测定方法
HTTP://www.macylab.com TEL:400-65-4686

第9部分:亚甲基二脲含量 分光光度法
GB/T 2441.9—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

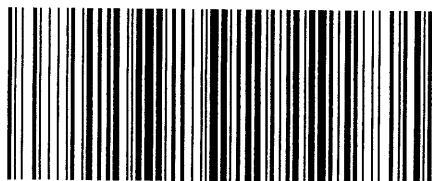
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2010年8月第一版 2010年8月第一次印刷

*

书号:155066·1-40253 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 2441.9—2010