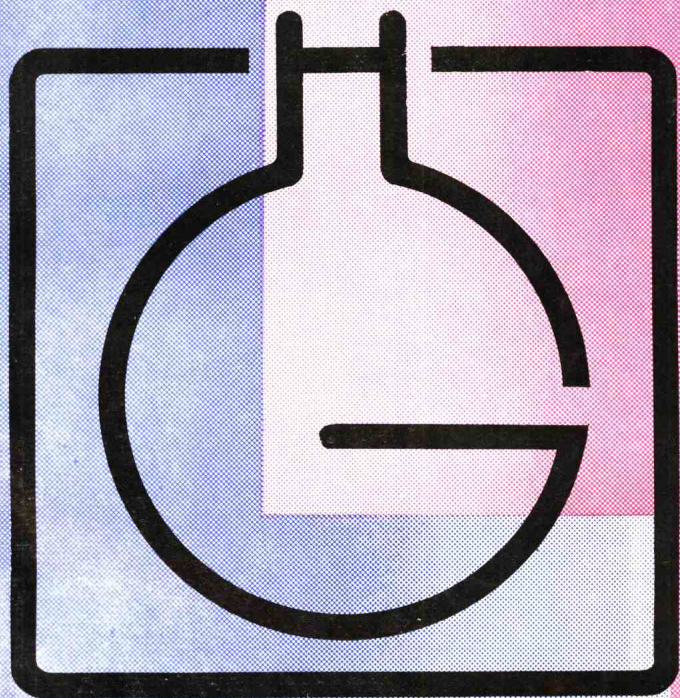


化学工业标准汇编

1995

化 肥



化学工业标准汇编

化 肥

1995

中国标准出版社

1995

图书在版编目 (CIP) 数据

化学工业标准汇编: 化肥 1995/中国标准出版社编.
北京: 中国标准出版社, 1996. 3
ISBN 7-5066-1156-2

I. 化… II. 中… III. ①化学工业-标准-汇编 ②化肥-
标准-汇编-1995 IV. ①TQ-65②TQ44-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (95) 第 14686 号

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: 8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 28 1/2 字数 912 千字

1996 年 5 月第一版 1996 年 11 月第二次印刷

*

印数 2 001—3 500 定价 43.00 元

*

标 目 279—05

出版说明

化学工业是国民经济的基础工业,化工标准化是化学工业高速发展和实现现代化管理的重要手段。为了深入贯彻落实《中华人民共和国标准化法》,加强化学工业标准化工作,提高化工产品质量;为了适应不断发展的社会主义市场经济形势,推动清理整顿后的化工标准的贯彻实施;为了满足化工企业及其他行业对化工标准的迫切需要,我们组织编辑了一套《化学工业标准汇编》,将分册出版发行。

我社曾于1985年先后分册出版过一套《化学工业标准汇编》,近年来化工标准化事业发展迅速,增加了大量新制订的标准。1990~1993年化工部对现行化工标准进行清理整顿后,化工标准发生了很大的变化——对部分标准提出了修订意见,部分国家标准调整为行业标准;部分强制性标准确定为推荐性标准;部分国家标准被废止。因此,原有的汇编本已不能适应上述情况的变化。

新编的这套《化学工业标准汇编》汇集了由国家技术监督局和化学工业部批准发布的全部化工现行国家标准、行业标准和专业标准,计划以最快的速度陆续分册出版。其内容包括:化工综合(化工基础标准、通用方法标准、术语标准等),无机化工,有机化工,涂料与颜料,塑料与塑料制品,化学试剂,橡胶原材料,橡胶制品,橡胶物理和化学试验方法,染料及染料中间体,农药,化肥,食品添加剂等。

本套汇编可取代我社原拟定出版的《中国国家标准分类汇编》的化工卷。在内容方面除收入全部化工国家标准外,还收入了化工行业标准和专业标准;在编排方法上,考虑到行业特点,将关系密切的标准尽量安排在一个分册里。因而其内容更加全面充实,更便于读者查阅和使用。

本套汇编包括的标准,由于出版年代的不同,其格式、计量单位乃至技术术语不尽相同。这次汇编时只对原标准中技术内容上的错误以及其他明显不妥之处做了更正。

本册《化学工业标准汇编 化肥 1995》汇集了截止1994年12月底批准发布的全部现行化肥基础标准和通用方法标准102项,其中:国家标准71项,行业标准10项,专业标准18项,部标准3项。

本汇编目录中,凡注有“*”者,均表示该标准已改为推荐性标准;注有“**”者,表示该国家标准已调整为行业标准;标准号中括号内的年代号表示在该年度确认了该项标准,但没有重新出版。

由于编者的时间和水平有限,书中不当之处,请读者批评指正。

中国标准出版社

1995年6月

目 录

一、化肥基础标准与通用方法

GB/T 2441—91	尿素总氮含量的测定 蒸馏后滴定法	(3)
GB/T 2443—91	尿素中缩二脲含量的测定 分光光度法	(8)
GB/T 2444—91	尿素中水分的测定 卡尔·费休法	(11)
GB/T 2445—91	工业用尿素铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法	(13)
GB/T 2446—91	工业用尿素碱度的测定 容量法	(16)
GB/T 2447—91	工业用尿素有水不溶物含量的测定 重量法	(18)
GB/T 2448—91	尿素粒度的测定 筛分法	(20)
GB 2947—82	卡尔·费休法测定尿素、硝酸铵中水分	(22)
GB 3595—83	肥料中氨态氮含量的测定 蒸馏后滴定法	(25)
GB 3597—83	肥料中硝态氮含量的测定 氮试剂重量法	(30)
GB 3598—83	肥料中尿素态氮含量的测定 尿素酶法	(34)
GB 3600—83	肥料中氨态氮含量的测定 甲醛法	(37)
GB 4097.1—83	硫酸铵氮含量的测定 蒸馏后滴定法	(40)
GB 4097.2—83	硫酸铵氮含量的测定 甲醛法	(43)
GB 4097.3—83	硫酸铵水分含量的测定 重量法	(45)
GB 4097.4—83	硫酸铵游离酸含量的测定 容量法	(46)
GB 4097.5—83	硫酸铵铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法	(48)
GB 4097.6—83	硫酸铵钾含量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法	(51)
GB 4097.7—83	硫酸铵钾含量的测定 古蔡法	(55)
GB 4097.8—83	硫酸铵重金属含量的测定 目视比色法	(58)
GB 4097.9—83	硫酸铵水不溶物的测定 重量法	(60)
GB 6274—86	肥料术语及其定义	(62)
GB 8569—88	固体化学肥料包装	(86)
GB 8570.1—88	液体无水氨 实验室样品的采取	(92)
GB 8570.2—88	液体无水氨 氨含量的测定	(95)
GB 8570.3—88	液体无水氨 残留物含量的测定 重量法	(96)
GB 8570.4—88	液体无水氨 残留物含量的测定 容量法	(99)
GB 8570.5—88	液体无水氨 水分的测定 卡尔·费休法	(101)
GB 8570.6—88	液体无水氨 油含量的测定 重量法和红外光谱法	(104)
GB 8570.7—88	液体无水氨 铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法	(108)
GB 8571—88	复混肥料 实验室样品制备	(111)
GB 8572—88	复混肥料中总氮含量测定 蒸馏后滴定法	(113)

注：凡注有标记(*)的标准，已改为推荐性标准。

GB 8573—88*	复混肥料中有效磷含量测定	(118)
GB 8574—88*	复混肥料中钾含量测定 四苯基合硼酸钾重量法	(125)
GB 8575—88*	复混肥料中游离水含量测定 真空干燥法	(128)
GB 8576—88*	复混肥料中游离水含量测定 真空烘箱法	(130)
GB 8577—88*	复混肥料中游离水含量测定 卡尔·费休法	(132)
GB 10207—88*	磷酸一铵、磷酸二铵中有效磷含量测定	(134)
GB 10208—88*	料浆法磷酸一铵中有效磷含量测定	(139)
GB 10209—88*	磷酸一铵、磷酸二铵中总氮含量测定 蒸馏后滴定法	(144)
GB 10210—88*	磷酸一铵、磷酸二铵中水含量测定	(149)
GB 10211—88*	磷酸一铵、磷酸二铵粒度测定	(152)
GB 10212—88*	磷酸一铵、磷酸二铵颗粒平均抗压强度测定	(153)
GB 10511—89*	硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法	(154)
GB 10512—89*	硝酸磷肥中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法	(158)
GB 10513—89*	硝酸磷肥中游离水含量的测定 卡尔·费休法	(161)
GB 10514—89*	硝酸磷肥中游离水含量的测定 烘箱法	(164)
GB 10515—89*	硝酸磷肥粒度测定	(166)
GB 10516—89*	硝酸磷肥颗粒平均抗压强度测定	(168)
GB/T 13256—91	工业用尿素硫酸盐含量的测定 目视比浊法	(170)
GB/T 13257—91	工业用尿素灰分的测定 重量法	(172)
GB/T 13565—92	肥料采样报告格式	(174)
GB/T 13566—92	肥料 堆密度的测定方法	(180)
GB/T 14539.1—93	复混肥料中砷、镉、铅的测定 试样溶液制备	(185)
GB/T 14539.2—93	复混肥料中砷的测定方法	(187)
GB/T 14539.3—93	复混肥料中镉的测定方法	(193)
GB/T 14539.4—93	复混肥料中铅的测定方法	(199)
GB/T 14540.1—93	复混肥料中铂的测定方法 硫氰酸钠分光光度法	(204)
GB/T 14540.2—93	复混肥料中硼的测定方法 甲亚胺-H 酸分光光度法	(207)
GB/T 14540.3—93	复混肥料中锰的测定方法	(210)
GB/T 14540.4—93	复混肥料中锌的测定方法	(216)
HG 2220—91*	重过磷酸钙中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法	(222)
HG 2221—91*	重过磷酸钙中游离酸含量的测定 容量法	(225)
HG 2222—91*	重过磷酸钙中游离水分的测定 真空烘箱法	(227)
HG 2223—91*	粒状重过磷酸钙的粒度测定	(229)
HG 2224—91*	粒状重过磷酸钙的颗粒平均抗压强度测定	(231)
ZB G20 001—87	进口化肥检验方法 取样制样方法	(232)
ZB G20 002—87	进口化肥检验方法 粒度试验方法	(235)
ZB G20 003—87	进口化肥检验方法 水分测定方法	(236)
ZB G20 004—87	进口化肥检验方法 氮的测定方法	(238)
ZB G20 005—87	进口化肥检验方法 磷的测定方法	(244)
ZB G20 006—87	进口化肥检验方法 钾的测定方法	(248)
ZB G20 007—87	进口化肥检验方法 缩二脲的测定方法	(252)
ZB G20 008—87	进口化肥检验方法 氯离子的测定方法	(257)
ZB G20 009—87	进口化肥检验方法 游离酸的测定方法	(261)

ZB G20 010—87	进口化肥检验方法 钠的原子吸收分光光度测定方法	(264)
ZB G20 011—87	进口化肥检验方法 微量元素的原子吸收分光光度测定方法	(268)
HG 1—1143—78	腐植酸铵肥料统一分析方法	(273)
HG 1—1384—81	钙镁磷钾肥统一分析方法	(280)

二、化肥、化学土壤调理剂

GB 535—83	硫酸铵	(289)
GB 536—88	液体无水氨	(291)
GB 2440—91	尿素	(293)
GB 2945—89	硝酸铵	(296)
GB 2946—92	氯化铵	(308)
GB 3559—92	农业用碳酸氢铵	(322)
GB 10205—88	磷酸一铵、磷酸二铵(粒状)	(328)
GB 10206—88	料浆法磷酸一铵	(331)
GB 10510—89	硝酸磷肥	(334)
GB 15063—94	复混肥料	(337)
HG 2095—91	涂层尿素	(348)
HG 2219—91	粒状重过磷酸钙	(362)
HG 2557—94	钙镁磷肥	(365)
HG 2558—94	料浆法磷酸二铵	(375)
HG 2559—94	化肥催化剂产品分类、型号和命名	(378)
ZB G21 001—86	农业用硫酸锌	(388)
ZB G21 003—87	过磷酸钙	(397)
ZB G21 005—87	腐植酸钠	(405)
ZB G21 006—89	农业用硫酸钾	(415)
ZB G21 007—90	多孔粒状硝酸铵	(423)
ZB G21 008—90	小联碱农业氯化铵	(427)
ZB G21 009—90	粒状磷酸一铵	(440)
HG 1—792—75	磷酸氢钙(饲料、肥料)	(443)

一、化肥基础标准与通用方法



中华人民共和国国家标准

尿素总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

GB/T 2441—91

Urea—Determination of total nitrogen content—
Titrimetric method after distillation

代替 GB 2441 81

本标准等效采用 ISO 1592—1977《工业用尿素氮含量的测定——蒸馏后滴定法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用蒸馏后滴定法测定尿素中总氮含量。

本标准适用于由氨和二氧化碳合成制得的工、农业用尿素总氮含量的测定。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 3595 肥料中氨态氮含量的测定 蒸馏后滴定法

3 原理

在硫酸铜存在下,在浓硫酸中加热使试样中酰胺态氮转化为氨态氮,蒸馏并吸收在过量的硫酸标准溶液中,在指示液存在下,用氢氧化钠标准溶液反滴定。

4 试剂和溶液

分析中,除非另有说明,限用分析纯试剂、蒸馏水或相同纯度的水。

4.1 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, GB 665);

4.2 硫酸(GB 625);

4.3 氢氧化钠(GB 629), 450 g/L 溶液:称量 45 g 氢氧化钠,溶于水,稀释至 100 mL;

4.4 甲基红(HG 3—958);

4.5 亚甲基蓝(HGB 3394);

4.6 95%乙醇(GB 679);

4.7 混合指示液,甲基红-亚甲基蓝乙醇溶液:在约 50 mL 95%乙醇中,加入 0.10 g 甲基红、0.05 g 亚甲基蓝,溶解后,用相同规格的乙醇稀释到 100 mL,混匀;

4.8 硫酸标准溶液, $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ 溶液:按 GB 601 配制与标定;

4.9 氢氧化钠标准滴定溶液, $c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 溶液,按 GB 601 配制与标定;

4.10 硅脂。

5 仪器

一般实验室用仪器和

国家技术监督局 1991-11-09 批准

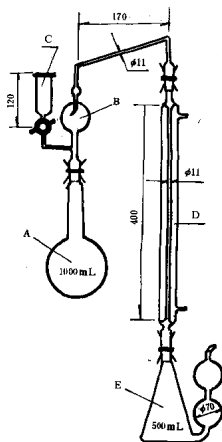
1992-10-01 实施

5.1 蒸馏仪器¹⁾

最好带标准磨口的成套仪器或能保证定量蒸馏和吸收的任何仪器。

蒸馏仪器的各部件用橡皮塞和橡皮管连接,或是采用球形磨砂玻璃接头,为保证系统密封,球形玻璃接头应用弹簧夹子夹紧。

本标准推荐使用的仪器如下图所示,包括以下各部分:



蒸馏装置图

A—蒸馏瓶;B—防溅球管;C—滴液漏斗;D—冷凝管;E—带双连球锥形瓶

5.1.1 圆底烧瓶,容积为 1 L;

5.1.2 单球防溅球管和顶端开口、容积约 50 mL 与防溅球进出口平行的圆筒形滴液漏斗;

5.1.3 直形冷凝管,有效长度约 400 mm;

5.1.4 接受器,容积 500 mL 的锥形瓶,瓶侧连接双连球。

5.2 梨形玻璃漏斗。

6 分析步骤

6.1 试样

称量约 5 g 试样,精确到 0.001 g,移入 500 mL 锥形瓶中。

6.2 试液制备

在盛有试样的锥形瓶中,加入 25 mL 水、50 mL 硫酸、0.5 g 硫酸铜,插上梨形玻璃漏斗,在通风橱内缓慢加热,使二氧化碳逸尽,然后逐步提高加热温度,直至冒白烟,再继续加热 20 min,取下,待冷却

采用说明:

1) 本标准所用的蒸馏仪器,也可采用 GB 3595 的仪器,采用时,分析步骤按 GB 3595 进行。

后,小心加入 300 mL 水,冷却。

把锥形瓶中的溶液,定量地移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

6.3 蒸馏

从容量瓶中移取 50.0 mL 溶液于蒸馏烧瓶(5.1.1)中,加入约 300 mL 水,几滴混合指示液和少许防爆沸石或多孔瓷片。

用滴定管或移液管,移取 40.0 mL 硫酸标准溶液于接受器中,加水,使溶液量能淹没接受器的双连球瓶颈,加 4~5 滴混合指示液。

用硅脂涂抹仪器接口,按上图装好蒸馏仪器,并保证仪器所有连接部分密封。

通过滴液漏斗(5.1.2)往蒸馏烧瓶中加入足够量的氢氧化钠溶液(4.3),以中和溶液并过量 25 mL,应当注意,滴液漏斗上至少存留几毫升溶液。

加热蒸馏,直到接受器中的收集量达到 250~300 mL 时停止加热,拆下防爆球管,用水洗涤冷凝管,洗涤液收集在接受器中。

6.4 滴定

将接受器中的溶液混匀,用氢氧化钠标准滴定溶液反滴定过量的酸,直至指示液呈灰绿色,滴定时要仔细搅拌,以保证溶液混匀。

7 空白试验

按上述操作步骤进行空白试验,除不用样品外,操作手续和应用的试剂与测定时相同。

8 分析结果的计算

试样中总氮含量 x 以氮含量计,用质量百分数(%)表示,按下式计算:

$$x = \frac{(V_2 - V_1) \cdot c \times 0.01401 \times 100}{\frac{50}{500} \times m \times \frac{100 - x_{H_2O}}{100}} = \frac{(V_2 - V_1) \cdot c \times 1.401}{m(100 - x_{H_2O})}$$

式中: V_1 ——测定时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——测定及空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.01401 ——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氮的质量;

x_{H_2O} ——试样中水分, %。

所得结果应表示至二位小数。

9 允许差

平行测定的绝对差值不大于 0.10%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.15%;

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

附录 A
尿素总氮含量的测定 算法
(参考件)

A1 主题内容与适用范围

本附录规定了用算法测定尿素中总氮含量。

本附录仅适用于生产厂常规分析产品检验。

A2 原理

尿素中除水分和缩二脲外,其他不纯物(重金属和副产品)含量可略而不计。因此尿素中总氮含量可视为尿素氮和缩二脲氮的总和。尿素氮可通过100%减水分和缩二脲含量,缩二脲氮可通过缩二脲含量计算获得,二者之和即为总氮。

A3 计算方法

尿素中总氮含量 x 以氮计,用质量百分数(%)表示,按式(A1)计算:

$$x = \frac{[100 - (H_2O\% + Biu\%)] \times 0.4665 + Biu\% \times 0.407}{100 - H_2O\%} \times 100$$

$$= \frac{46.65 - 0.4665 \times H_2O\% - 0.059 \times Biu\%}{100 - H_2O\%} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A1)$$

设: $\alpha = 46.65 - 0.4665 \times H_2O\%$

列于表 A1

$\beta = 0.059 \times Biu\%$

列于表 A2

$$x = \frac{\alpha - \beta}{100 - H_2O\%} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A2)$$

式中: 0.4665——尿素换算为氮的系数;

0.407——缩二脲换算为氮的系数。

所得结果应表示至二位小数。

A4 计算表

表 A1 α 值

α H ₂ O	H ₂ O	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
0.10		46.60	46.60	46.59	46.59	46.58	46.58	46.58	46.57	46.57	46.56
0.20		46.56	46.55	46.55	46.54	46.54	46.53	46.53	46.52	46.52	46.51
0.30		46.51	46.51	46.50	46.50	46.49	46.49	46.48	46.48	46.47	46.47
0.40		46.46	46.46	46.45	46.45	46.44	46.44	46.44	46.43	46.43	46.42
0.50		46.42	46.41	46.41	46.40	46.40	46.39	46.39	46.38	46.38	46.37
0.60		46.37	46.37	46.36	46.36	46.35	46.35	46.34	46.34	46.33	46.33
0.70		46.32	46.32	46.31	46.31	46.30	46.30	46.29	46.29	46.29	46.28

续表 A1

α	H ₂ O	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
H ₂ O											
0.80		46.28	46.27	46.27	46.26	46.26	46.25	46.25	46.24	46.24	46.23
0.90		46.23	46.22	46.22	46.22	46.21	46.21	46.20	46.20	46.19	46.19
1.00		46.18	46.18	46.17	46.17	46.16	46.16	46.16	46.15	46.15	46.14
1.10		46.14	46.13	46.13	46.12	46.11	46.11	46.11	46.10	46.10	46.09
1.20		46.09	46.09	46.08	46.08	46.07	46.07	46.06	46.06	46.05	46.05

表 A2 β 值

缩二脲含量, %	β 值	缩二脲含量, %	β 值
0.00~0.08	0	0.94~1.10	0.06
0.09~0.25	0.01	1.11~1.27	0.07
0.26~0.42	0.02	1.28~1.44	0.08
0.43~0.59	0.03	1.45~1.61	0.09
0.60~0.76	0.04	1.62~1.77	0.10
0.77~0.93	0.05	1.78~1.94	0.11

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出,由化学工业部上海化工研究院归口。

本标准由四川化工总厂、化学工业部上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人虞修孝、张玉春、赵英华。

中华人民共和国国家标准

尿素中缩二脲含量的测定 分光光度法

GB/T 2443—91

Urea—Determination of biuret content—
Spectrophotometric method

代替 GB 2443 81

本标准等效采用 ISO 2754—1973《工业用尿素缩二脲含量的测定——分光光度法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用铜复盐分光光度法测定尿素中缩二脲含量。

本标准适用于由氨和二氧化碳合成制得的工、农业用尿素缩二脲含量的测定。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

3 原理

缩二脲在硫酸铜、酒石酸钾钠的碱性溶液中生成紫红色络合物,在波长为 550 nm 处测定其吸光度。

4 试剂和溶液

分析中,除非另有说明,限用分析纯试剂、蒸馏水或相同纯度的水。

- 4.1 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, GB 665), 15 g/L 溶液:称量 15 g 硫酸铜溶解于水中,稀释至 1 000 mL;
- 4.2 酒石酸钾钠($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, GB 1288), 50 g/L 碱性溶液:称量 50 g 酒石酸钾钠溶解于水中,加入 40 g 氢氧化钠,稀释至 1 000 mL;
- 4.3 硫酸(GB 625),约 $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1$ mol/L 溶液,按 GB 601 配制;
- 4.4 氢氧化钠(GB 629),约 $c(\text{NaOH})=0.1$ mol/L 溶液,按 GB 601 配制;
- 4.5 氨水(GB 631), 100 g/L 溶液:量取氨水 220 mL,用水稀释至 500 mL;
- 4.6 丙酮(GB 686);
- 4.7 缩二脲, 2.00 g/L 标准溶液。
 - 4.7.1 缩二脲提纯:先用氨水洗涤缩二脲,然后用水洗涤,再用丙酮洗涤以除去水,最后于 105℃ 左右在干燥箱中干燥。
 - 4.7.2 2.00 g/L 缩二脲标准溶液配制:称量缩二脲(4.7.1)1.000 g,溶于 450 mL 水中,用硫酸或氢氧化钠溶液调节溶液的 pH=7,定量移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL,含缩二脲 2.00 mg。

5 仪器

一般实验室仪器和

5.1 水浴;

5.2 分光光度计。

6 分析步骤

6.1 标准曲线的绘制

6.1.1 标准比色溶液的制备

适用于 3 cm 光径长度比色皿的光度测量。

按下表所示量,将缩二脲标准溶液(4.7)注入 8 个 100 mL 容量瓶中:

缩二脲标准溶液体积, mL	缩二脲的对应量, mg
0	0
2.5	5
5.0	10
10.0	20
15.0	30
20.0	40
25.0	50
30.0	60

每个容量瓶用水稀释至 50 mL,然后依次加入 20.0 mL 酒石酸钾钠碱性溶液和 20.0 mL 硫酸铜溶液,摇匀,稀释至刻度,把容量瓶浸入 $30 \pm 5^\circ\text{C}$ 的水浴中约 20 min,不时摇动。

6.1.2 光度测定

在 30 min 内,以缩二脲吸光度为零的溶液作为参比溶液,在波长 550 nm 处,用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 标准比色溶液中所含缩二脲的毫克数为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,作图。

6.2 测定

6.2.1 试样及试液制备

称量约 50 g 试样,精确到 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加约 100 mL 水,溶解,用硫酸或氢氧化钠溶液调节溶液的 $\text{pH}=7$,将溶液定量移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

分取含有 20~50 mg 缩二脲的上述试液于 100 mL 容量瓶中,然后依次加入 20.0 mL 酒石酸钾钠碱性溶液和 20.0 mL 硫酸铜溶液,摇匀,稀释至刻度,把容量瓶浸入 $30 \pm 5^\circ\text{C}$ 的水浴中约 20 min,不时摇动。

6.2.2 空白试验

按上述操作步骤进行空白试验,除不用样品外,操作手续和应用的试剂与测定试样时相同。

6.2.3 光度测定

与标准曲线绘制手续相同,对试验及空白试验溶液进行光度测定,测定其吸光度。

注:① 如果试液有色或浑浊有色,除按 6.2 条测定吸光度外,另于二只 100 mL 容量瓶中,各加入 20.0 mL 酒石酸钾钠碱性溶液,其中一只加入与显色时相同体积的试液,将溶液用水稀释至刻度,摇匀。以不含试液的溶液为参比溶液,用测定时的同样条件测定另一份溶液的吸光度,在计算时扣除之。

- ② 如果试液只是浑浊,则在调节试液 pH 值之前,在试液中加入 2 mL、 $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ 的盐酸溶液,剧烈摇动,用中速滤纸过滤,用少量水洗涤,将滤液和洗涤液定量地收集在烧杯中,然后按试液的制备调节 pH 和稀释。

7 分析结果的计算

从标准曲线查出所测吸光度对应的缩二脲的量。

试样中缩二脲含量 x 以质量百分数(%)表示,按下式计算:

$$x = \frac{(m_1 - m_2) \cdot D \times 100}{m}$$

式中: m_1 ——分取的试液测得的缩二脲质量, g;

m_2 ——分取的空白试液测得的缩二脲质量, g;

m ——试样的质量, g;

D ——试样的总体积与用于显色反应分取的试液体积之比。

所得结果应表示至二位小数。

8 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.08%;

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出,由化学工业部上海化工研究院归口。

本标准由四川化工总厂、化工部上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人张玉春、庾修孝、赵英华。