



中华人民共和国国家标准

GB/T 20622—2006

稳定性同位素¹⁵N无机标记化合物

Stable isotope ¹⁵N inorganic labelled compound



2006-09-14 发布

2007-02-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
稳定性同位素¹⁵N无机标记化合物
GB/T 20622—2006

*

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 0.75 字数 13 千字
2007年2月第一版 2007年2月第一次印刷

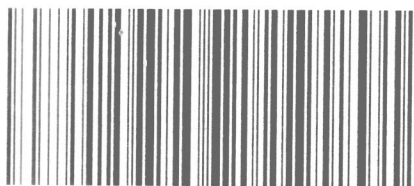
*

书号: 155066·1-28821 定价 10.00 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 20622-2006

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105/SC 1)归口。

本标准由上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人:杜晓宁、李良君、宋明鸣、赵诚。

本标准属首次发布。

引 言

稳定性同位素 ^{15}N 无机标记化合物主要应用于农、林、医等科研领域。利用 ^{15}N 的示踪特性,进行肥效、植物营养氮素分布等机理的研究。近年来随着生命科学研究的深入开展,利用 ^{15}N 无机标记化合物进一步研究制备有机标记化合物,进行药理动力学、新陈代谢和营养学方面的研究,对 ^{15}N 示踪物的需求量逐年增长。为规范 ^{15}N 无机标记化合物的产品质量和 ^{15}N 丰度测定方法,有必要制定切实可行、相对统一的技术要求,同时也为用户分析和使用 ^{15}N 无机标记化合物产品提供便利。

本标准所涉及的稳定同位素 ^{15}N 标记化合物,原辅材料均为试剂级,且经过一系列精制处理后纯度、杂质含量都可达试剂级要求。因为产品的核心技术指标是 ^{15}N 的丰度值,所以本标准仅选用 ^{15}N 丰度、含量作为产品的技术指标,而对消耗用量大的杂质分析不作规定。

稳定性同位素¹⁵N无机标记化合物

1 范围

本标准规定了稳定性同位素¹⁵N无机标记化合物的技术要求,试验方法,检验规则,标识、包装、运输和贮存,安全要求。

本标准适用于以¹⁵N-硝酸为原料用相应的¹⁵N无机标记化合物制备方法生产的含铵态¹⁵N或硝态¹⁵N或酰胺态¹⁵N的各种丰度的稳定同位素¹⁵N无机类标记化合物。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

- GB 190 危险货物包装标志
- GB/T 191 危险货物包装标识
- GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 608—1988 化学试剂 氮测定通用方法
- GB/T 633—1994 化学试剂 亚硝酸钠
- GB/T 636—1992 化学试剂 硝酸钠
- GB/T 647—1992 化学试剂 硝酸钾
- GB/T 658—1988 化学试剂 氯化铵
- GB/T 659—1993 化学试剂 硝酸铵
- GB/T 1396—1993 化学试剂 硫酸铵

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

同位素 isotope

具有相同原子序数但质量数不同的核素。

3.2

同位素丰度 isotope abundance

一种元素的同位素混合物中,某特定同位素的原子数与该元素的总原子数之比。

3.3

稳定性同位素 stable isotope

某元素中不发生或极不易发生放射性衰变的同位素。

3.4

标记化合物 labelled compound

用放射性核素或稳定性核素取代化合物分子的一种或几种原子,使之能被识别并可用于示踪剂的化合物。

3.5

核素 nuclide

具有特定质量数、原子序数和核能态,而且其平均寿命长得足以被观察的一类原子。

4 符号和缩略语

4.1

同位素原子的表示: ${}^m\text{A}$

其中 A 表示元素符号, m 表示该元素的同位素的原子质量数。例如: ${}^{15}\text{N}$ 表示氮元素中质量数为 15 的同位素氮原子。

4.2

同位素丰度的单位表示: $\text{atom}\%{}^m\text{A}$

表示 A 元素的质量数为 m 的原子占 A 元素的原子百分数。例如: $\text{atom}\%{}^{15}\text{N}$ 表示质量数为 15 的同位素氮原子在氮元素中所占的原子百分数。 $\text{atom}\%{}^m\text{A}$ 可用缩略形式 $\text{at.}\%{}^m\text{A}$ 表示。

5 技术要求

5.1 外观

白色晶状粉末。

5.2 ${}^{15}\text{N}$ 无机标记化合物应符合表 1 的要求。

表 1 产品丰度与含量指标

项 目	指 标		
	优 等		合 格
质量分数/%	$\geq$	99.0	98.5
丰度/(at. $\%{}^{15}\text{N}$)	$\geq$	E*	E*
注 1: E* 为产品标明值。			
注 2: 含量检验在特殊客户提出要求时进行。			

6 试验方法

本试验方法所用试剂、溶液除另有规定外,均应符合 GB/T 601 和 GB/T 603 中规定要求,实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格。

6.1 外观

目视检测。

6.2 丰度的测定

质谱法。

6.2.1 方法原理

6.2.1.1 质谱法原理

将气体样品引入质谱计的离子源中,气体分子在离子源中解离成质量为 m 、电荷为 z 的离子,在加速电压 U' 的作用下,离子以速度 v 进入强度为 H 的均匀磁场,受到与离子运动方向和磁场方向垂直的力,沿着曲率半径为 r 的轨迹运动。离子经过质量分析器,按质核比 (m/z) 分离并聚焦。离子的质核比与各参数的关系式如下: $m/z = k \cdot \frac{r^2 \cdot H^2}{U}$ 。

当 H 或 U 连续变化(扫描)时,各质量数相对应的离子束依次通过收集狭缝进入检测器。经收集、放大,输出相应的电信号,由计算机处理得到待测气体样品的峰强度数据。同位素质谱计的峰强度值定量的反映了相应气体的量,依据相应的计算公式即可计算得出待测气体样品的同位素丰度。

6.2.1.2 样品转化原理

铵盐类的样品可用次溴酸钠为氧化剂将铵根离子氧化为氮气,然后用液氮将进样管内的水气、杂气冷冻,将氮标记气体送入离子源检测;硝态氮的转化,应用德瓦达合金与之反应,生成 NH_3 ,然后用酸吸收得到铵根离子溶液,再进一步用次溴酸钠氧化生成氮气,用质谱法测定。

尿素样品的转化:可与含量的测定一起做,按标准 GB/T 608—1988 中 6.1 条的步骤进行。测定含量后得到的硼酸吸收液可以浓缩到含氮量为 $1 \text{ mg/mL} \sim 2 \text{ mg/mL}$,再用次溴酸钠氧化,进而做 ^{15}N 丰度的测定。

6.2.2 试剂和材料

6.2.2.1 液溴;

6.2.2.2 氢氧化钠溶液: 14.3 mol/L ;

6.2.2.3 氢氧化钠溶液: 10 mol/L ;

6.2.2.4 硫酸溶液: 0.1 mol/L ;

6.2.2.5 次溴酸钠溶液:取 100 mL 氢氧化钠溶液(6.2.2.2)于 500 mL 烧杯中,将烧杯浸入冰浴,滴加液溴 40 mL ,滴加液溴时勿使溶液的温度超过 5°C 。当溴完全加入后,再加入 100 mL 氢氧化钠溶液(6.2.2.2),搅拌均匀后将溶液移入磨口试剂瓶并放入冰箱。(2~3)d 后将沉淀下来的溴化钠用 3# 磨砂漏斗抽滤除去,滤液即为次溴酸钠溶液。置于冰箱中保存备用。使用时应用蒸馏水 1+1 稀释。次溴酸钠溶液随着保存时间的增加,氧化能力逐渐降低,一般保存期不应超过 3 个月。

6.2.2.6 定氮合金(Cu 的质量分数:50%,Al 的质量分数:45%,Zn 的质量分数:5%;细度小于 0.15 mm)。

6.2.3 仪器和设备

6.2.3.1 通常实验室用仪器

6.2.3.2 气体同位素质谱计

要求仪器的真空度不大于 $2 \times 10^{-5} \text{ Pa}$,仪器的分辨率不低于 200。

6.2.3.3 样品转化真空系统

一套非定型的由机械真空泵和玻璃管道组成的真空系统,如图 1 所示。

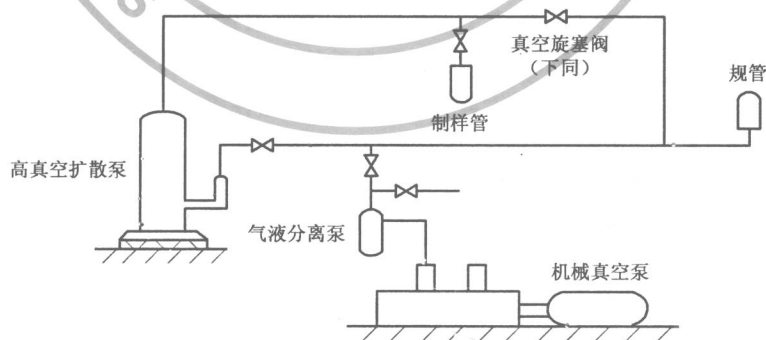
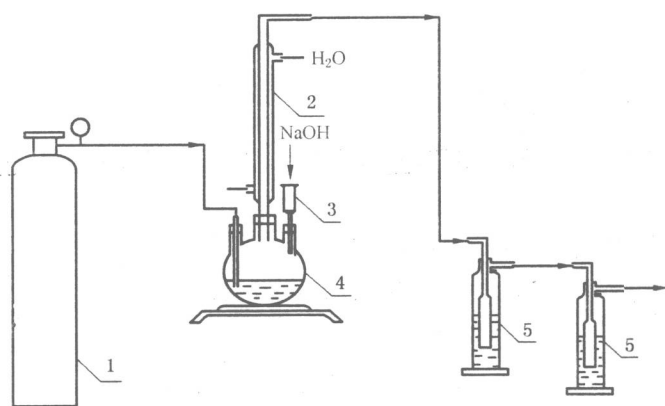


图 1 样品转化真空系统示意图

6.2.3.4 转化硝酸盐为氮气的装置

装置见图 2。

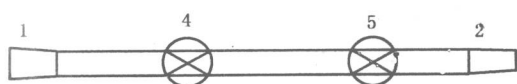


- 1—— N_2 钢瓶；
2——冷凝管；
3——滴碱管；
4——三口烧瓶；
5——吸收瓶。

图2 硝酸盐转化装置示意图

6.2.3.5 进样连接器

见图3。



- 1、2、3——为10#标准磨口；
4、5——为4 mm 旋塞阀。

图3 进样连接器



图4 双球反应管

6.2.3.6 双球反应管

见图4。

6.2.4 分析步骤

气体同位素质谱计的检测样为气体，所以在检测进样前需对样品进行转化与制备。

6.2.4.1 氮同位素质体的制备

将1 mL 次溴酸钠溶液和1 mL 含有1 mg~2 mg 氮的铵盐溶液，分别移入6.2.3.6所示反应管中，并用6.2.3.5所示进样连接器与6.2.3.3所示真空系统连接并抽真空，待溶液中溶解的空气都被除去（用手触摸反应管的球泡部明显感觉温度降低），此时可将进样连接器的旋塞阀关闭，将反应管及进样连接器从真空系统取下。将两球泡中的液体混合，产生的氮气即可作为测定 ^{15}N 丰度的样品气。

6.2.4.2 硝酸盐类样品的转化

取2 mmol 硝酸盐，加入5 mL 水于三口烧瓶中，在两个吸收瓶中各加入0.1 mol/L 的 H_2SO_4 溶液5 mL。在三口烧瓶中加入0.2 g 定氮合金，通氮气，加热至沸后，滴加氢氧化钠溶液（6.2.2.3）约1 mL，至反应高峰出来时为止。此时吸收瓶1中溶液的pH值为6~7，吸收液为硫酸铵- $^{15}N_2$ 溶液，将两只吸收瓶合并，得到的溶液按照6.2.4.1的方法转化而得到质谱计测定所需要的样品气。

6.2.4.3 尿素样品的转化

按照GB/T 608—1988中6.1条的直接蒸馏法进行。此方法可作为尿素含量测定，将做完尿素含量测定的试液集中，浓缩至含氮量1 mg/mL~2 mg/mL时，冷却作为 ^{15}N 丰度测定用。将得到的溶液按照6.2.4.1的方法转化得到质谱计测定所需要的样品气。

6.2.4.4 氮同位素丰度的测定

将 6.2.4.1 处理得到的样品气,通过进样连接器接入气体同位素质谱计的进样系统,质谱计的真空度应低于 5×10^{-5} Pa。在对仪器做好必要的校正设置后,对仪器进行本底测定。然后将进样气引入质谱计的储样系统,进样量为 13 Pa 左右。整个测定过程由计算机指令自动操作,打印输出质量数为 28、29、30 的电信号强度(以 mV 计)。进行平行样的测定。

6.2.5 分析结果的表述

^{15}N 同位素丰度值 E , 根据不同浓度范围按下列三个公式计算:

6.2.5.1 在 0.365~20 以内按公式(1)计算:

$$E = \frac{1}{2 \times \frac{V_{28}}{V_{29}} + 1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

6.2.5.2 在 20~30 内按公式(2)计算:

$$E = \frac{V_{29}/2 + V_{30}}{V_{28} + V_{29} + V_{30}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

6.2.5.3 在 30~99.9 内按公式(3)计算:

$$E = \frac{2}{\frac{V_{29}}{V_{30}} + 2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

E ——表示 ^{15}N 同位素丰度,单位用 at. $\%^{15}\text{N}$ 表示;

V_{28} ——表示质量数为 28 的电信号强度,单位为毫伏(mV);

V_{29} ——表示质量数为 29 的电信号强度,单位为毫伏(mV);

V_{30} ——表示质量数为 30 的电信号强度,单位为毫伏(mV);

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.2.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.10at. $\%^{15}\text{N}$ 。

不同实验室测定结果的差值不大于 0.20at. $\%^{15}\text{N}$ 。

6.3 无机标记化合物的含量测定

6.3.1 硫酸铵- $^{15}\text{N}_2$ 含量

按照 GB/T 1396—1993 中的 4.1 条测定。

6.3.2 氯化铵- ^{15}N 的含量

按照 GB/T 658—1988 中的 4.1 条测定。

6.3.3 硝酸铵- ^{15}N (含单标、双标)

按照 GB/T 659—1993 中的 4.1 条测定。

6.3.4 硝酸钾- ^{15}N

按照 GB/T 647—1992 中的 4.1 条测定。

6.3.5 硝酸钠- ^{15}N

按照 GB/T 636—1992 中的 4.1 条测定。

6.3.6 亚硝酸钠- ^{15}N

按照 GB/T 633—1994 中的 4.1 条测定。

6.3.7 尿素- $^{15}\text{N}_2$

按照 GB/T 608—1988 中的试验方法 6.1 直接蒸馏法测定。

6.4 无机标记化合物的含量计算

用于计算 ^{15}N 无机标记化合物含量的公式与相应的非 ^{15}N 标记化合物的计算公式相同,不同的是代

入计算的氮元素的摩尔质量数应按照不同丰度的实际值计算得到。

例:50%的硝酸钾-¹⁵N样品,其摩尔质量数应为:

$$K^{15}NO_3:39.01+(14\times 50\%+15\times 50\%)+16.00\times 3=101.51$$

而一般的硝酸钾的摩尔质量数为:39.01+14.01+16.00×3=101.02

7 检验规则

7.1 以每一次结晶得到的产品为一批。每批样品的采样,应用清洁干燥的匙勺从容器的四个等分的中间部位等量采样。采样量约为2g,混合均匀后等量装入两个清洁干燥且密封良好的塑料瓶中,瓶上的标签应注明生产厂名、产品名称、批号批量、采样量、采样日期和采样人姓名。一瓶作产品质量分析,另一瓶作为留样,留样应保存6个月。

7.2 产品检验部门按本标准规定进行检验,所有出厂产品都应符合本标准要求。如果检验结果不符合本标准要求,应重新自该批产品中取双倍样进行检验。重新检验结果中即使有一项指标不符合本标准要求亦应判该批产品不合格。

7.3 用户有权按本标准规定,对产品进行验收,以核实产品是否符合本标准要求。

7.4 供需双方在产品质量上发生争议时,双方可协商解决,也可由双方同意的产品质量监督检验机构进行检验。

8 标识、包装、运输和贮存

8.1 标识

每批出厂产品应附有质量证明书,内容有:生产厂名、厂址、产品名称、分子式、净含量、¹⁵N的丰度值、产品纯度、生产批号、日期、本标准号和检验员签字。

每个内包装单元上应有标签,内容有:生产厂名、产品名称、分子式、净含量、¹⁵N同位素丰度值、产品纯度、生产日期。

外包装上应印有生产厂名、厂址、产品名称、批号、本标准号和净含量。

硝酸钾-¹⁵N和硝酸铵-¹⁵N的内外包装上还应印有GB 190中“氧化剂”以及GB/T 191中“怕热”标志。

8.2 包装

8.2.1 内包装

采用医用塑料瓶,瓶口用铝塑膜封口,瓶盖带有一次性封边,瓶子的容积根据客户需求选定。

8.2.2 外包装

在塑料瓶外用(0.3~0.5)mm PVC塑料膜密封,再用钙塑箱包装。

8.3 运输和贮存

本产品在运输与贮存时,应通风干燥、防止雨淋和受潮受热。标有“氧化剂”和“怕热”标志的产品,不得与有机物、还原剂及其他易燃品混贮,贮运温度应不高于60℃。

本产品经检验合格后贮存期为3年。

9 安全要求

9.1 硝酸盐是一级无机氧化剂,与硫磺、酸、漂白粉和粉末金属(特别是锌)作用时,分解析出有毒的氮氧化物和氧,所析出的氧可以导致火灾;如被有机物污染、或在高温状态时,将剧烈分解而导致爆炸。

9.2 硝酸盐的贮存场所应隔绝热源,并在生产与存放的场所备有消防器材急救用品。