

## 前 言

本标准是对原专业标准 ZB G20 007—1987《进口化肥检验方法 缩二脲的测定方法》的修订。

本标准与原标准比较,无技术路线改变,仅对正文内容的部分重复章节进行合并,取消了部分注释,增加了精密度试验,完善了标准结构,扩大了标准的适用范围。

本标准自实施之日起,代替 ZB G20 007—1987。

本标准的附录 A 为标准的附录;附录 B 为提示的附录。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国连云港出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:王立英、王通胜、苏立勋、笪靖祥。

# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

## 进出口化肥检验方法 缩二脲含量的测定

SN/T 0736.8—1999

代替 ZB G20 007—1987

### Chemical analysis of fertilizers for import and export —Determination of biuret content

#### 1 范围

本标准规定了进出口化肥中缩二脲含量的测定方法。  
本标准适用于尿素中缩二脲含量的测定。

#### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SN/T 0736.1—1997 进出口化肥检验方法 取样和制样

#### 3 试剂与溶液

分析方法中,除特殊规定外,只应使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

- 3.1 硫酸铜溶液(1.5%):称取 15 g 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )溶解于水中,过滤,用水稀释至 1 L。
- 3.2 酒石酸钾钠溶液(5%):称取 40 g 氢氧化钠溶解于 500 mL 水中,冷却,加入 50 g 酒石酸钾钠( $\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )溶解后,用水稀释至 1 L,混匀,静置过夜,使用时过滤。
- 3.3 缩二脲的提纯:溶解 15 g 缩二脲(化学纯)于 500 mL 95% 乙醇中,加热溶解,趁热过滤,滤液浓缩至约 250 mL,冷却至 5℃,使结晶析出,过滤,在 105℃ 烘干备用。
- 3.4 缩二脲标准溶液 A(1 mg/mL):称取 0.500 0 g 预先在 105℃ 干燥至恒重的缩二脲(3.3)溶解于不含二氧化碳的水中,移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 缩二脲。
- 3.5 缩二脲标准溶液 B(0.4 mg/mL):准确称取 0.400 0 g 预先在 105℃ 干燥至恒重的缩二脲(3.3)溶解于不含二氧化碳的水中,移至 1 L 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀。此溶液 1 mL 含 0.4 mg 缩二脲。
- 3.6 缓冲溶液(pH=13.4):溶解 24.6 g 氢氧化钾和 30 g 氯化钾于水中,稀释至 1 L。
- 3.7 淀粉溶液(0.5%):用 10 mL 水将 0.5 g 可溶淀粉制成稀浆糊状,慢慢倾入含有 0.5 g 草酸的 50 mL 水,煮沸直至溶液澄清,冷却后,稀释至 100 mL。
- 3.8 乙醇(95%)。
- 3.9 盐酸溶液:1 mol/L。

#### 4 仪器

- 4.1 分光光度计及实验室常规仪器设备。
- 4.2 原子吸收分光光度计:附有空气-乙炔燃烧器,及铜空心阴极灯。

中华人民共和国国家出入境检验检疫局 1999-12-30 批准

2000-05-01 实施

#### 4.2.1 所用原子吸收分光光度计应达到下列指标:

最低灵敏度:等差浓度标准溶液的最高浓度标准的吸光读数不低于 0.2。

工作曲线线性:等差浓度标准溶液中两个最高浓度标准溶液的吸光读数的差值,不小于最低浓度标准溶液与零浓度溶液吸光读数差值的 0.8 倍。

最小稳定性:最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得到的吸光读数,相对于最高浓度标准溶液吸光读数平均值的变异系数,应分别不大于 1.5% 和 0.6%,见附录 A。

#### 4.2.2 原子吸收分光光度计的工作条件见附录 B。

### 5 取样及试样的制备

按 SN/T 0736.1 执行。

### 6 分析步骤

#### 6.1 铜复盐分光光度法

##### 6.1.1 方法提要

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 550 nm 处测其吸光度。

##### 6.1.2 分析步骤

###### 6.1.2.1 试液的制备

称取试样 10 g(精确至 0.001 g)于 250 mL 烧杯中,加约 100 mL 水搅拌使之溶解(注:如试样浑浊,加入 1 g 氢氧化铝),移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,混匀,用慢速滤纸干过滤,滤液备用。

###### 6.1.2.2 测定吸光度

准确吸取上述滤液 25 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 50 mL,准确加入 20 mL 酒石酸钾钠溶液和 20 mL 硫酸铜溶液,用水稀释至标线,混匀,在(30±5)℃的水浴中放置 15 min,冷却至室温,在 30 min 内,以空白溶液作对照,用 2~4 cm 的比色皿,于波长 550 nm 测定吸光度。

###### 6.1.2.3 工作曲线的绘制

准确吸取 0, 4.0, 8.0, 12.0, 16.0, 20.0 mL 缩二脲标准溶液 A, 分别放入一组 100 mL 容量瓶中,用不含二氧化碳的水,调整体积至约 50 mL,以下操作按 6.1.2.2 进行,并以缩二脲浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

##### 6.1.3 分析结果的表述

缩二脲的百分含量  $x_1$  按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $m_1$ ——在标准曲线上查得试液中所含缩二脲的质量,mg;

$m$ ——显色时试液的质量,g。

计算结果表示到小数点后二位。

#### 6.2 原子吸收分光光度法

##### 6.2.1 方法提要

缩二脲和铜在乙醇和碱性溶液中,形成稳定的络合物,碱性溶液可将过量的铜生成氢氧化铜沉淀,加淀粉溶液防止  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  的表面吸附,过滤除去后,滤液经酸化,与缩二脲铜标准系列溶液同时用原子吸收分光光度计,于波长 324.8 nm 处,以空气-乙炔火焰测定铜的吸光度。

##### 6.2.2 分析步骤

###### 6.2.2.1 试液的制备

称取试样 0.5 g(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中,加水 30 mL 溶解。

###### 6.2.2.2 缩二脲铜的形成

在上述试液中,加 25 mL 乙醇,在不断摇动下,依次加入 2 mL 淀粉溶液,10 mL 硫酸铜溶液(3.1)和 20 mL 缓冲溶液,用水稀释至标线,混匀,放置 10 min,用中速滤纸干过滤,滤液备用。

#### 6.2.2.3 测定吸光度

准确吸取 5 mL 滤液于 50 mL 容量瓶中,加入 1 mL 盐酸酸化,用水稀释至标线,混匀。在原子吸收分光光度计上,于波长 324.8 nm 处,在空气-乙炔火焰中,与缩二脲标准系列同时以水调零,测定铜的吸光度,从工作曲线上查出相应的缩二脲浓度。

#### 6.2.2.4 工作曲线的绘制

准确吸取 5.0,10.0,15.0,20.0 mL 缩二脲标准溶液 B,分别置于一组 100 mL 容量瓶中,用水补足至 30 mL,以下操作按照 6.2.2.2 和 6.2.2.3 进行,并以缩二脲的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

#### 6.2.3 分析结果的表述

缩二脲百分含量  $x_2$  按式(2)计算:

$$x_2 = \frac{c \cdot V}{m} \times 10^{-6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $c$ ——从缩二脲的工作曲线查得缩二脲的相应浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$V$ ——测定时试样的体积, mL;

$m$ ——体积  $V$  mL 试液所含的试样质量, g。

计算结果表示到小数点后二位。

### 7 精密度

用以下数值来判断结果的可靠性(95%置信概率)

#### 7.1 重复性( $r$ )

在同一实验室由同一操作员,用同一试验方法与仪器,对同一试样相继做两次重复试验结果的允许差为重复性( $r$ )。小于允许差,测定精密度合格,取平均值为最终值。大于或等于允许差,测定精密度不合格。要查明原因,重做试验。

本标准规定  $r=0.06$ 。

#### 7.2 再现性( $R$ )

在两个实验室由不同操作员、不同仪器和设备,用同一试验方法,对同一试样重复测定两次,按 7.1 规定得到平均值  $\bar{Y}_1$  和  $\bar{Y}_2$  比较,其允许差为  $\sqrt{R^2 - r^2}/2$ 。小于允许差,测定精密度合格,取  $\bar{Y}_1$  和  $\bar{Y}_2$  的平均值为最终值,大于或等于允许差,测定精密度不合格。要查明原因,重做试验。

本标准规定  $R=0.1$ 。

**附录 A**  
(标准的附录)  
**最小稳定性变异系数的计算**

最高浓度标准溶液与零浓度溶液吸光读数的变异系数计算公式如下:

$$S_c = \frac{100}{\bar{C}} \sqrt{\frac{\sum(C - \bar{C})^2}{n-1}} \dots\dots\dots(A1)$$

$$S_o = \frac{100}{\bar{O}} \sqrt{\frac{\sum(O - \bar{O})^2}{n-1}} \dots\dots\dots(A2)$$

式中:  $S_c$ ——最高浓度标准溶液吸光读数的百分变异系数;  
 $S_o$ ——零浓度溶液吸光读数的百分变异系数;  
 $\bar{C}$ ——最高浓度标准溶液吸光读数的平均值;  
 $C$ ——最高浓度标准溶液吸光读数;  
 $\bar{O}$ ——零浓度溶液吸光读数的平均值;  
 $O$ ——零浓度溶液吸光读数;  
 $n$ ——测定次数。

**附录 B**  
(提示的附录)  
**仪器的工作条件**

使用美国 PE5100 型原子吸收分光光度计测定铜的参考工作条件如下:

分析线:324.8 nm;

狭缝宽度:0.7 nm;

灯电流:5 mA;

空气流量:10.0 L/min;

乙炔流量:2.0 L/min。