

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1376—2007

复混肥料中缩二脲含量的测定 分光光度法

Determination of Biuret Content for Compound Fertilizers
—Spectrophotometric Method

2007-06-14 发布

2007-09-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、国家化肥质量监督检验中心（北京）、国家化肥质量监督检验中心（上海）。

本标准主要起草人：王敏、张跃、杨晓霞、陈芳、孙又宁。



复混肥料中缩二脲含量的测定 分光光度法

1 范围

本标准规定用硫酸铜分光光度法测定复混肥料中缩二脲含量的方法。

本标准适用于复混肥料(包括有机—无机复混肥料)中缩二脲含量的测定。当复混肥料中含有对显色反应有影响的农药(如五氯苯酚钠等)时,不适用于本标准。

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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8571 复混肥料 实验室样品制备

3 原理

用丙酮萃取复混肥料中的缩二脲。试样溶液中的缩二脲在碱性溶液中与硫酸铜反应,生成紫红色的配合物。离心分离过量铜盐所生成的氢氧化物沉淀后,在波长为 550 nm 处测定其吸光度。吸光度的大小与试样溶液中缩二脲浓度成正比。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的至少三级的水。

- 4.1 碳酸钙(CaCO_3),粉状。
- 4.2 过氧化氢。
- 4.3 丙酮。
- 4.4 无水乙醚。
- 4.5 氢氧化钠溶液:5 g/L
- 4.6 氢氧化钠溶液:80 g/L。
- 4.7 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶液:15 g/L。
- 4.8 硫酸铝 $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}]$ 溶液:20 g/L。
- 4.9 缩二脲 $[(\text{CONH}_2)_2\text{NH}]$ 标准溶液:5 g/L。

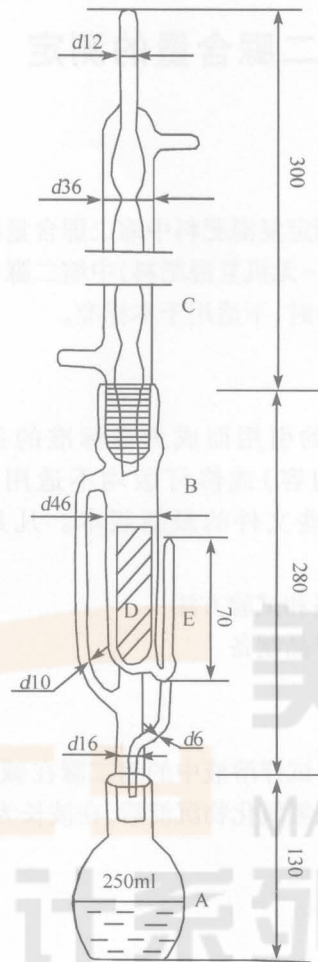
缩二脲的提纯方法:用氨水溶液(1+9)洗涤缩二脲,然后用水洗涤直至除去氨水,再用丙酮洗涤除去水,最后于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至恒重。

- 4.10 活性炭,粉状。
- 4.11 脱脂棉。

5 仪器

- 5.1 检测实验室常用仪器设备。
- 5.2 缩二脲萃取装置:索格利特(Soxhlet)脂肪萃取器。或其他经实验证明,在规定条件下,能给出相同

结果的萃取装置。本标准推荐使用的仪器如图 1 所示。



- A——萃取瓶;
- B——萃取管;
- C——冷凝管;
- D——滤纸筒;
- E——虹吸管。

图 1 萃取装置图

5.3 分光光度计:带有 30 mm 的比色皿。

5.4 离心机:3 000 r/min 以上。

6 分析步骤

6.1 试样制备及预处理

按 GB/T 8571 规定制备试样,并按以下步骤进行预处理。

称取试样 10 g~20 g(精确至 0.001 g,以含缩二脲 50 mg~150 mg 为宜),置于蒸发皿中,加入碳酸钙 1 g~2 g,充分混合,在 $75^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥 4h,以除去水分及中和游离酸。将干燥后的试样保存于干燥器中,冷却,备用。

6.2 试样溶液的制备

6.2.1 含有尿素的复混肥料

6.2.1.1 将干燥后的试样混合物(6.1)移入用两张滤纸折叠成的滤纸筒中,将滤纸筒小心置入萃取管中,放置时滤纸的上沿应高于萃取管虹吸管的上弯点但低于萃取管的上口。用脱脂棉擦拭试样容器后,将其覆盖于试样上,并轻轻下压,使脱脂棉的高度不超过滤纸筒的上沿。在萃取瓶中加入 100 mL 丙酮,按图 1 接装整套装置,然后将萃取瓶置于 $75^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的水浴中回流萃取 4h 后(至少经 20 次以上的回流),试样中缩二脲被全部萃取进入萃取瓶中。待最后一次回流后,取下萃取瓶,取下时应将萃取器中的萃取液回入萃取瓶中。

6.2.1.2 将萃取管中的试样及滤纸取出后,按图 1 再次将冷凝管与萃取管连接,并将萃取管连接到有萃取液的萃取瓶上,置于同一水浴中,待萃取瓶中的丙酮蒸发进入萃取管并即将回流时,取下萃取瓶,将萃取器中的萃取液回收至试剂瓶中(此回收后的丙酮可重复利用)。将萃取瓶继续置于水浴中,将剩余的丙酮除尽后,加入少量热水溶解残余物,必要时可进行过滤。若溶液有色或浑浊(经过滤也难以消除),可按 6.2.3.2 和 6.2.3.3 的规定进行脱色和除浊,成为澄清液后,将溶液移入 100 mL 容量瓶,用温水洗涤萃取瓶,将洗涤液收集于同一容量瓶中,溶液总量应控制在 50 mL~60 mL。

6.2.2 含有尿素和硝酸铵的复混肥料

按 6.2.1.1 的规定回流萃取后,萃取液中有结晶物析出。此时,待萃取瓶中溶液冷却后,将溶液过滤,并用少量丙酮洗涤滤纸上的固形物数次,收集滤液并控制滤液量在 150 mL 内。以下按 6.2.1.2 进行。

6.2.3 含有尿素及有机物料的复混肥料

6.2.3.1 按 6.2.1.1 的规定回流萃取后,萃取液可能颜色明显并浑浊;若试样含有大量油脂原料,萃取过程中将会有脂肪溶解和析出,影响以后的操作。此时,应按 6.2.3.2~6.2.3.4 进行脱色、除浊、脱脂处理,待成为澄清液后,将溶液移入 100 mL 容量瓶,用温水洗涤萃取瓶,将洗涤液收集于同一容量瓶中,溶液总量应控制在 50 mL~60 mL。

6.2.3.2 脱色:丙酮蒸发除去后,加入约 10 mL 水,溶解残余物,然后加入约 0.05 g 的活性炭,搅拌后过滤;或者加入过氧化氢 1 mL~2 mL,在 $70^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$ 水浴上蒸发至干涸。

6.2.3.3 除浊:丙酮蒸发除去后,加入约 10 mL 水,溶解残余物,然后加入硫酸铝溶液 0.2 mL~0.3 mL,用氢氧化钠溶液(4.5)中和[若加入硫酸铝溶液 0.2 mL,则需加入氢氧化钠溶液(4.5)0.2 mL],然后过滤。

6.2.3.4 脱脂:将萃取液中丙酮蒸发除去后,加入无水乙醚将脂肪溶解(缩二脲不溶于无水乙醚),通过倾析法将脂肪除去。

6.3 标准曲线的绘制

6.3.1 标准比色溶液的制备

按表 1 所示,用移液管准确吸取缩二脲标准溶液置于 7 个 100 mL 容量瓶中,加水至 50 mL~60 mL,然后用移液管准确加入 10 mL 氢氧化钠溶液(4.6),摇匀,再加硫酸铜溶液 20 mL,随即摇匀并加水至刻度,充分混匀。放置 30min 后稍加摇动,倒出部分溶液,于 3 000 r/min 转速下离心 3 min,进行沉淀分离。

表 1

缩二脲标准溶液体积 V_i , mL	0	2.50	5.00	7.50	10.0	12.5	15.0
所含缩二脲质量 m_i , mg	0	12.5	25.0	37.5	50.0	62.5	75.0

6.3.2 吸光度的测定

吸取离心后的上层清液,以缩二脲为零的溶液作为参比溶液,用 30 mm 光程的比色皿,在波长 550nm 处,用分光光度计测定溶液的吸光度。

6.3.3 标准曲线的绘制

以标准比色溶液的缩二脲质量 m_i 为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线或求算线性回归方程。

6.4 试液的测定

用制备好的试样溶液(6.2),按 6.3.1 和 6.3.2 规定的操作步骤,从“然后用移液管准确加入氢氧化钠溶液(4.6)10 mL,……”开始,直至“用分光光度计测定溶液的吸光度”为止完成测定。

7 分析结果的表述

根据测得的试样溶液的吸光度,从标准曲线中查出相应的缩二脲质量或由线性回归方程计算出缩二脲的质量。

试料中以 % 表示的缩二脲的质量分数 $w[(\text{CONH}_2)_2\text{NH}]$,按式(1)计算:

$$w[(\text{CONH}_2)_2\text{NH}] = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{0.1 m_1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从标准曲线中查出或由线性回归方程计算出的试样溶液中缩二脲质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

计算结果保留二位小数。

8 精密度

按表 2 规定执行。

表 2

缩二脲的质量分数	在重复条件下获得的两次独立测定结果的允许差值	不同实验室间测定的允许差值
<0.5%	绝对相差不大于 0.05%	绝对相差不大于 0.08%
≥0.5%	相对相差不大于 10%	相对相差不大于 15%