ICS 65.080
G 20

中华人民共和国国家标准

GB/T 2441.1—2008
代替 GB/T 2441.1—2001

尿素的测定方法
第1部分:总氮含量

Determination of urea—Part 1:Total nitrogen content

2008-06-17 发布　　2008-09-01 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　邻菲啰啉分光光度法；

——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 1 部分。

本部分代替 GB/T 2441.1—2001《尿素测定方法　总氮含量的测定》。

本部分与 GB/T 2441.1—2001 相比主要差异是：蒸馏后滴定法简化了分析步骤中的试液制备。

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)归口并负责解释。

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、房朋。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 2441—1981、GB/T 2441—1991、GB/T 2441.1—2001。

尿素的测定方法
第1部分:总氮含量

1 范围

GB/T 2441的本部分规定了尿素中总氮含量的测定。

本部分适用于由氨和二氧化碳合成制得的尿素总氮含量的测定。

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 总氮含量的测定

3.1 蒸馏后滴定法(仲裁法)

3.1.1 原理

在硫酸铜的催化作用下,在浓硫酸中加热使试料中酰胺态氮转化为铵态氮,加入过量碱液蒸馏出氨,吸收在过量的硫酸溶液中,在指示液存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

3.1.2 试剂和材料

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。

3.1.2.1 五水硫酸铜;

3.1.2.2 硫酸;

3.1.2.3 氢氧化钠溶液,约450 g/L;

3.1.2.4 硫酸溶液:$c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)\approx 0.5$ mol/L或$c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)\approx 1.0$ mol/L;

3.1.2.5 氢氧化钠标准滴定溶液:$c(NaOH)=0.5$ mol/L;

3.1.2.6 甲基红-亚甲基蓝混合指示液;

3.1.2.7 硅脂。

3.1.3 仪器

3.1.3.1 通常实验室用仪器;

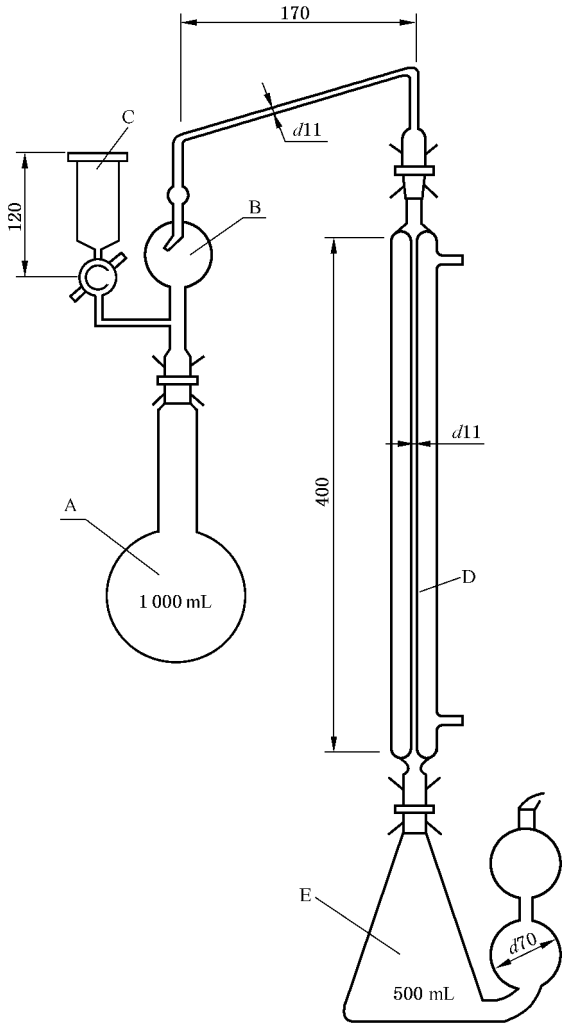
3.1.3.2 蒸馏仪器

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。

GB/T 2441的本部分推荐使用的仪器如图1所示,包括以下各部分:

单位为毫米



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。

图 1　蒸馏装置图

3.1.3.2.1　蒸馏烧瓶，容积为 1 L 的圆底烧瓶；

3.1.3.2.2　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；

3.1.3.2.3　直形冷凝管：有效长度约 400 mm；

3.1.3.2.4　接受器，容积约 500 mL 的锥形瓶，瓶侧连接双连球。

3.1.3.3　梨形玻璃漏斗；

3.1.3.4　防溅棒，一根长约 100 mm、直径约 5 mm 的玻璃棒，一端套一根 25 mm 聚乙烯管。

3.1.4　**分析步骤**

做两份试料的平行测定。

3.1.4.1　**试液制备**

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g)于蒸馏烧瓶中，加少量水冲洗蒸馏瓶瓶口内侧，以使试料全部进入蒸馏瓶底部，再加 15 mL 硫酸、0.2 g 五水硫酸铜，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 后停止加热。

注：若为大颗粒尿素则应磨细后称量。其方法是取 100 g 缩分后的试样，迅速研磨至全部通过 0.5 mm 孔径筛，混合均匀。

3.1.4.2 蒸馏

待蒸馏烧瓶中试液充分冷却后，小心加入 300 mL 水，几滴混合指示液，放入一根防溅棒，聚乙烯管端向下。

用滴定管、移液管或自动加液器加 40.0 mL $\left[c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)\approx 0.5\ mol/L\right]$或 20.0 mL $\left[c\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)\approx 1.0\ mol/L\right]$硫酸溶液于接受器中，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，按图示装好蒸馏仪器，并保证仪器所有连接部分密封。

通过滴液漏斗往蒸馏烧瓶中加入足够量的氢氧化钠溶液，以中和溶液并过量 25 mL，加水冲洗滴液漏斗，应当注意，滴液漏斗内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 200 mL 时，移开接受器，用 pH 试纸检查冷凝管出口的液滴，如无碱性结束蒸馏。

3.1.4.3 滴定

将接受器中的溶液混匀，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，直至指示液呈灰绿色，滴定时要使溶液充分混匀。

3.1.5 空白试验

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

3.1.6 分析结果的表述

总氮含量(以干基计)，以氮(N)的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{c(V_1 - V_2) \times 0.014\ 01}{m[100 - w_{(H_2O)}]/100} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

c——测定及空白试验时，使用氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1——空白试验时，使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2——测定时，使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

0.014 01——氮的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔(g/mmol)；

m——试料质量的数值，单位为克(g)；

$w_{(H_2O)}$——试样的水分，用质量分数表示(%)。

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作为测定结果。

3.1.7 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.10%；

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.15%。

3.2 计算法

本方法仅适用于生产厂常规分析产品检验。

3.2.1 原理

生产过程中加甲醛则尿素除水分、缩二脲和亚甲基二脲外，其他不纯物(重金属和副产品)含量可略而不计。因此其总氮含量可视为尿素氮，缩二脲氮和亚甲基二脲氮的总和。尿素氮可通过 100%减水分、缩二脲和亚甲基二脲含量而得到尿素含量、进而通过尿素含量计算获得，缩二脲氮可通过测缩二脲含量计算获得，亚甲基二脲氮可通过测亚甲基二脲含量计算获得，三者之和即为总氮。

3.2.2 计算

生产过程中加甲醛的尿素总氮含量 w_2（以干基计），以氮（N）的质量分数计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$w_2=\frac{\{100-[w(H_2O)+w(Biu)+4.400\times w(HCHO)]\}\times 0.466\,5+w(Biu)\times 0.407\,7+4.400\times w(HCHO)\times 0.424\,1}{100-w(H_2O)}$$

$$\times 100=\frac{46.65-0.466\,5\times w(H_2O)-0.058\,8\times w(Biu)-0.186\,6\times w(HCHO)}{100-w(H_2O)}\times 100$$

设：$\alpha=46.65-0.466\,5\times w((H_2O))$（列于表 1），

$\beta=0.058\,8\times w((Biu))$（列于表 2），

$\gamma=0.186\,1\times w((HCHO))$（列于表 3），

$$\text{则：}w_2=\frac{\alpha-\beta-\gamma}{100-w(H_2O)}\times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

生产过程中不加甲醛的尿素的总氮含量 w_3（干基计），以氮（N）的质量分数计，数值以%表示，按式（3）计算：

$$w_3=\frac{\alpha-\beta}{100-w(H_2O)}\times 100 \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

$w(H_2O)$——水分含量，用质量分数表示（%）；

$w(Biu)$——缩二脲含量，质量分数（%）；

$w(HCHO)$——亚甲基二脲含量，质量分数（%）；

0.466 5——尿素换算为氮的系数；

0.407 7——缩二脲换算为氮的系数；

4.400——甲醛换算为亚甲基二脲的系数；

0.424 1——亚甲基二脲换算为氮的系数。

所得结果应表示至二位小数。

表 1 α 值

H_2O 的质量分数/%	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
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 2　β 值

缩二脲，w/%	β 值	缩二脲，w/%	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	1.62～1.78	0.10
0.77～0.93	0.05	1.78～1.94	0.11

表 3　γ 值

亚甲基二脲，w/% （以 HCHO 计）	γ 值	亚甲基二脲，w/% （以 HCHO 计）	γ 值
0.14～0.18	0.03	0.51～0.56	0.10
0.19～0.24	0.04	0.57～0.61	0.11
0.25～0.29	0.05	0.62～0.67	0.12
0.30～0.34	0.06	0.68～0.72	0.13
0.35～0.40	0.07	0.73～0.77	0.14
0.41～0.45	0.08	0.78～0.83	0.15
0.46～0.50	0.09	0.84～0.88	0.16