

## 前 言

本标准是对 GB/T 2445—1991《工业用尿素铁含量的测定 邻菲啰啉分光光度法》的修订。

本标准非等效采用 ISO 6685:1982《工业用尿素铁含量的测定 邻菲啰啉分光光度法》。

本标准与 ISO 6685:1982 及 GB/T 2445—1991 的主要技术差异如下：

1 引用化工行业基础标准 HG/T 2843—1997,不再引用 GB/T 601 系列标准。

2 分析步骤中规定了试料的称样量;不规定使用 pH 计调整溶液 pH 值。

本标准是 GB/T 2441《尿素测定方法》的第 4 部分。

GB/T 2441 还包括以下部分：

第 1 部分	GB/T 2441.1—2001	尿素测定方法	总氮含量的测定
第 2 部分	GB/T 2441.2—2001	尿素测定方法	缩二脲含量的测定 分光光度法
第 3 部分	GB/T 2441.3—2001	尿素测定方法	水分的测定 卡尔·费休法
第 5 部分	GB/T 2441.5—2001	尿素测定方法	碱度的测定 容量法
第 6 部分	GB/T 2441.6—2001	尿素测定方法	水不溶物含量的测定 重量法
第 7 部分	GB/T 2441.7—2001	尿素测定方法	粒度的测定 筛分法
第 8 部分	GB/T 2441.8—2001	尿素测定方法	硫酸盐含量的测定 目视比浊法
第 9 部分	GB/T 2441.9—2001	尿素测定方法	亚甲基二脲含量的测定 分光光度法

本标准自实施之日起,代替 GB/T 2445—1991。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口并负责解释。

本标准起草单位:国家化肥质量监督检验中心(上海)、中国石油乌鲁木齐石化公司化肥厂、中国石化股份有限公司九江分公司、海南富岛化工有限公司。

本标准主要起草人:张求真、沙燕萍、杨继群。

本标准于 1981 年首次发布。

## ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是一个世界性的国家标准团体(ISO 成员团体)的联合机构。国际标准的制定工作通常通过 ISO 各技术委员会进行。凡对已建立技术委员会项目感兴趣的每个成员团体均有机会加入该技术委员会,和 ISO 有联系的各政府的或非政府的国际组织也可参加这一工作。

经技术委员会采纳的国际标准草案,在由 ISO 理事会批准为国际标准之前,要先发给各成员团体通过。

ISO 6685 国际标准是由 ISO/TC 47 化学技术委员会制定的,并于 1979 年 10 月发给各成员单位。

此标准已由下列国家的成员单位通过:

澳大利亚	匈牙利	罗马尼亚
奥地利	印度	南非
比利时	意大利	瑞士
巴西	朝鲜	泰国
中国	荷兰	英国
捷克斯洛伐克	菲律宾	苏联
法国	波兰	南斯拉夫
东德	葡萄牙	

没有成员国不同意这个文件。

# 中华人民共和国国家标准

## 尿素测定方法 铁含量的测定 邻菲啰啉分光光度法

GB/T 2441.4—2001  
neq ISO 6685:1982

代替 GB/T 2445—1991

Determination of urea—Determination of iron content—  
1,10-Phenanthroline spectrophotometric method

### 1 范围

本标准规定了用邻菲啰啉分光光度法测定工业用尿素中铁含量。

本标准适用于由氨和二氧化碳合成制得的工业用尿素中铁含量的测定。

### 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。

HG/T 2843—1997 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

### 3 原理

用抗坏血酸将试液中的三价铁离子还原为二价铁离子,在 pH2~9 时(本标准选择 pH 为 4.5),二价铁离子与邻菲啰啉生成橙红色配合物,在吸收波长 510 nm 处,用分光光度计测定其吸光度。

### 4 试剂和溶液

本试验方法所用试剂、溶液和水除特殊注明外,均应符合 HG/T 2843 要求。

- 4.1 盐酸溶液,1+1;
- 4.2 氨水溶液,1+1;
- 4.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,pH≈4.5;
- 4.4 抗坏血酸溶液,20 g/L(该溶液使用期限 10 d);
- 4.5 邻菲啰啉溶液,2 g/L;
- 4.6 铁标准溶液,0.100 mg/mL;
- 4.7 铁标准溶液,0.010 mg/mL,将铁标准溶液(4.6)稀释 10 倍,只限当日使用。

### 5 仪器

一般实验室仪器和  
分光光度计,带有 3 cm 或 1 cm 吸收池。

### 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

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2001-07-26 批准

2002-01-01 实施

按表 1 所示,在 7 个 100 mL 量瓶中,分别加入给定体积的铁标准溶液(4.7)。

每个量瓶都按下述规定同时同样处理:

加水至约 40 mL,用盐酸溶液调整溶液的 pH 接近 2,加 2.5 mL 抗坏血酸溶液、10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、5 mL 邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 1 铁标准溶液加入量

铁标准溶液用量, mL	对应的铁含量, $\mu\text{g}$
0	0
1.00	10.0
2.00	20.0
4.00	40.0
6.00	60.0
8.00	80.0
10.00	100.0

### 6.1.2 吸光度测定

以铁含量为零的溶液作为参比溶液,在波长 510 nm 处,用 1 cm 或 3 cm 吸收池在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 标准比色溶液中铁含量( $\mu\text{g}$ )为横坐标,相应的吸光度为纵坐标作图,或求线性回归方程。

## 6.2 测定

### 6.2.1 试液制备

称取约 10 g 实验室样品(精确到 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中,加少量水使试料溶解,加入 10 mL 盐酸溶液,加热煮沸,并保持稳定 3 min,冷却后,将试液定量过滤于 100 mL 烧杯中,用少量水洗涤几次,使溶液体积约为 40 mL。

用氨水溶液调节溶液的 pH 约为 2,将溶液定量转移到 100 mL 量瓶中,加 2.5 mL 抗坏血酸溶液,10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,5 mL 邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,混匀。

注:若试料含铁量 $\leq 15 \mu\text{g}$ ,可在调节 pH 前加入 5.00 mL 铁标准溶液(4.7),然后在结果中扣除。

### 6.2.2 空白试验

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

### 6.2.3 吸光度测定

与标准曲线绘制步骤相同,对试液和空白试验溶液进行吸光度的测定。

## 7 分析结果的表述

从标准曲线查出所测吸光度对应的铁含量或由曲线系数求出的铁含量。

试料中铁含量(X)以铁(Fe)的质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $m_1$ ——试料中测得的铁的质量, g;

$m_2$ ——空白试验所测得的铁的质量, g;

$m$ ——试料的质量, g。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,所得结果表示至五位小数。

## 8 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 30%；如测定结果小于 0.000 30%，平行测定结果的相对误差不大于 100%；

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.000 40%；如测定结果小于 0.000 40%，其相对误差不大于 100%。

---