

ICS 71. 100. 99
G 85
备案号:30128—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4138—2010

稳定性同位素¹³C-尿素

Stable isotope ¹³C labelled urea

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准依据 GB/T 1.1《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》起草。

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/TC105)归口。

本标准负责起草单位：上海化工研究院。

本标准主要起草人：杜晓宁、李良君、宋明鸣、赵诚、徐建飞。

本标准为首次发布。

稳定性同位素¹³C-尿素

1 范围

本标准规定了稳定性同位素¹³C-尿素的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于以 Ba¹³CO₃ 或¹³CO 为原料制得的¹³C 丰度大于 95 atom%¹³C 的¹³C-尿素。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 696—2008 化学试剂 脲(尿素)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 20622—2006 稳定性同位素¹⁵N 无机标记化合物

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

同位素 isotope

具有相同质子数,不同中子数(或不同质量数)同一元素的不同核素互为同位素。

3.2

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。

4 符号与缩略语

4.1

同位素原子的表示: ^mA

其中 A 表示元素符号, *m* 表示该元素的同位素的相对原子质量。例如:¹³C 表示碳元素中质量数为 13 的同位素碳原子。

4.2

¹³C 同位素丰度的单位表示: atom%¹³C

表示质量数为 13 的碳原子占全部碳原子的百分数,也可用缩略形式 at. %¹³C 表示。

5 要求

5.1 外观

白色晶状粉末。

5.2 技术指标

产品的技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 产品技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
丰度(¹³ C)/at. % ¹³ C	≥ 98.0	≥ 95.0
产品含量, w/%	≥ 99.0	≥ 98.5

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

¹³C-尿素样品与亚硝酸钠试剂反应生成¹³CO₂ 气体,将生成的¹³CO₂ 气体送入质谱计检测系统,用质谱法测定其¹³C 丰度。

6.2.2 仪器和设备

6.2.2.1 通常实验室用仪器

6.2.2.2 气体同位素质谱计

要求仪器的真空度表观值不大于 2×10⁻⁵ Pa,仪器的分辨率不低于 200。

6.2.2.3 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(图略)。

6.2.2.4 进样连接器

用于质谱计和样品转化真空系统与样品转化单元的连接,见图 1(a)。

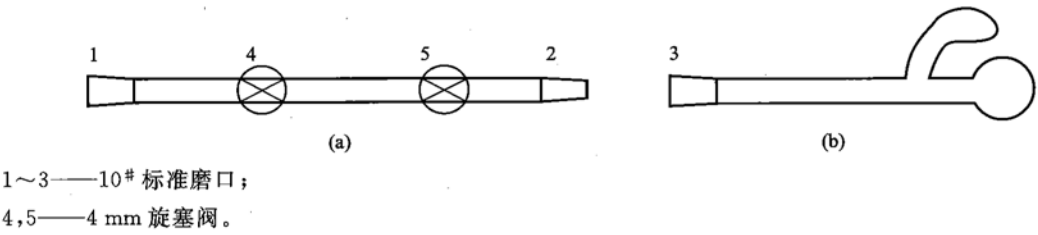


图 1

6.2.2.5 双球反应管

与进样连接器一起接入真空系统,共同构成适用于待测固体样品与试剂反应生成可供质谱计检测的气体的真空体系,生成可供质谱计检测的气体,见图 1(b)。

6.2.3 试剂和材料

6.2.3.1 亚硝酸钠:分析纯;

6.2.3.2 硫酸溶液:6 mol/L;

6.2.3.3 工业乙醇;

6.2.3.4 液氮。

6.2.4 分析步骤

6.2.4.1 ¹³CO₂ 气体的制备

称取 2 mg~3 mg 试料,再称取等量亚硝酸钠 2 mg~3 mg,二者的质量比约 1 : 1。将其放入双球

反应管的直管底部,再在双球反应管的支管中加入 1 mL~2 mL 硫酸溶液,用进样连接器接入样品转化真空系统并抽真空,至溶液中溶解的空气被除去(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。将两球泡中的液体与固体接触并反应,用 60℃ 左右的水加热可使反应进行完全,反应时间以反应液无气泡产生为终点。产生的 $^{13}\text{C}-\text{CO}_2$ 气即可作为测定 ^{13}C 丰度的样品气。

6.2.4.2 ^{13}C 同位素丰度的测定

把 6.2.4.1 得到的样品气用液氮冷冻并接入质谱计真空系统抽真空,除去样品气中含有的氮气,关闭进样连接器的旋塞阀,用冷水将球泡化冻,再将球泡浸入酒精液氮调制的 $-50^\circ\text{C}\sim-60^\circ\text{C}$ 冷冻液中数分钟,在质谱计的真空度低于 $2\times 10^{-5}\text{Pa}$ 时将球泡中的 $^{13}\text{C}-\text{CO}_2$ 引入质谱计进样系统,至储样系统压力为 10 Pa 左右。对仪器做好必要的校正设置后,进行本底测定。整个测定过程由计算机指令自动操作,打印输出质量数为 44、45 的电信号强度(以 mV 计)。进行平行样的测定。

6.2.5 分析结果的计算和表述

^{13}C 同位素丰度值以 E 计,数值以 at. $\%^{13}\text{C}$ 表示,按式(1)计算:

$$E = \frac{V_{45}}{V_{44} + V_{45}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_{44} ——质量数为 44 的电信号强度的准确数值,单位为毫伏(mV);

V_{45} ——质量数为 45 的电信号强度的准确数值,单位为毫伏(mV)。

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 0.10 at. $\%^{13}\text{C}$;不同实验室测定结果的差值不大于 0.20 at. $\%^{13}\text{C}$ 。

6.3 ^{13}C -尿素含量的测定

6.3.1 含量测定

按照 GB/T 696—2008 中 5.3 的规定进行。

6.3.2 分析结果的计算与表述

按照 GB/T 696—2008 中的式(1)计算 ^{13}C -尿素的含量,代入计算的 ^{13}C -尿素的摩尔质量因数应根据 ^{13}C -尿素的丰度,按照下面示例方法计算得到。

例: ^{13}C 丰度为 98 % 的尿素样品,其摩尔质量应为:

$$[12.00 \times (1 - 98\%) + 13.00 \times 98\%] + 16.00 + [14.01 + (1.0079 \times 2)] \times 2 = 61.02$$

则含量的计算公式中 30.03 因数应改为: $61.02 \div 2 = 30.51$

7 检验规则

7.1 检验类别及检验项目

产品检验包括出厂检验和型式检验,表 1 中产品含量为型式检验项目,丰度为出厂检验项目。型式检验项目在下列情况下,应进行测定:

- 正式生产时,原料、工艺发生变化;
- 正式生产时,定期或累积到一定量后,每年至少进行一次检验;
- 国家各级质量监督机构提出型式检验的要求时。

7.2 组批与采样

7.2.1 以每一次结晶得到的产品为一批。

7.2.2 每批样品的采样,应用清洁干燥的匙勺从容器的四个不同部位等量采样。采样量约为 1 g,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,并在瓶上粘贴标签,其内容包括生产厂名、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。

7.3 结果判定

7.3.1 本标准中产品质量指标合格判定,采用 GB/T 8170—2008 中的“修约值比较法”。

7.3.2 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则判该批产品为不合格。

7.3.3 型式检验不符合要求,则该批产品为不合格。

8 标识

8.1 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、 ^{13}C 的丰度值、生产批号、日期、产品检验结果、本标准号和检验员签字。

8.2 每个内包装单元上应有标签,内容有:生产厂名、产品名称、 ^{13}C 的丰度值、净含量、生产日期、有效期。

8.3 外包装上应印有生产厂名、厂址、产品名称、批号、产品净含量。

9 包装、运输和贮存

9.1 包装

9.1.1 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,瓶子的规格由供需双方商定。

9.1.2 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。

9.2 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。

本产品自生产之日起有效期为 3 年。

中华人民共和国
化工行业标准
稳定性同位素¹³C-尿素

HG/T 4138—2010

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数9千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0895

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00元

版权所有 违者必究