



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3810—2014

---

## 尿素和硫酸铵中氮含量测定 X 射线荧光光谱法

Determination of nitrogen content in urea and ammonium sulphate—  
X-ray fluorescence spectrometry

2014-01-13 发布

2014-08-01 实施

---

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局 发 布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国满洲里出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：田城、刘本纬、宋晶、肖建光、孟斌、孙彦宏。

尿素和硫酸铵中氮含量测定  
X 射线荧光光谱法

1 范围

本标准规定了用波长色散 X 射线荧光光谱仪测定尿素和硫酸铵中氮含量的方法。  
本标准适用于尿素和硫酸铵中氮含量的测定。测定范围(质量分数)见表 1。

表 1 尿素和硫酸铵中氮含量的测定范围

试样类型	测定范围(质量分数)/%
尿素	45.48~46.65
硫酸铵	20.14~21.20

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。

JJG 810 波长色散 X 射线荧光光谱仪  
SN/T 0736.2 进口化肥检验方法 水分的测定

3 方法摘要

采用粉末压片法制备样片。测量样片  $NK\alpha$  谱线的 X 射线荧光强度,由校准曲线得出氮含量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

- 4.1 尿素,高纯试剂或标准物质。于 $(50\pm 2)^{\circ}C$ 、真空度为 480 mm~530 mm 汞柱的真空干燥箱中干燥 2 h,然后在干燥器中冷却。
- 4.2 硫酸铵,高纯试剂或标准物质。在 $(105\pm 2)^{\circ}C$ 下烘 2 h,然后在干燥器中冷却。
- 4.3 硬脂酸。

5 仪器

- 5.1 波长色散 X 射线荧光光谱仪,符合 JJG 810 的规定,能够进行氮元素的测定。
- 5.2 压片机,至少能够维持 10 t 压力。
- 5.3 切割粉碎机,配有孔径为 0.5 mm、0.2 mm 的筛,最高转速不低于 15 000 r/min。

5.4 电子天平,感量 0.1 mg。

## 6 试样

### 6.1 试样的粉碎

试样预先用粉碎机粉碎,尿素试样选择孔径为 0.5 mm 的筛,硫酸铵试样选择孔径为 0.2 mm 的筛,设置粉碎机转速为 15 000 r/min。

### 6.2 试样的干燥

试样应预先干燥同时进行水分的测定,按照 SN/T 0736.2 的规定进行。

## 7 样片的制备

### 7.1 试料样片的制备

称取 4 g 干燥后试样(6.2),准确至 0.1 g。设置压片机压力为 10 t,保压时间 30 s,进行压片。

### 7.2 标准样片的制备

参照表 2、表 3,称取尿素(4.1)、硫酸铵(4.2)和硬脂酸(4.3)于 250 mL 烧杯中,准确至 0.000 1 g。用玻璃棒搅拌 10 min,不时倾斜并振荡烧杯,混合试剂。将混合后的试剂缓慢倒入粉碎机中粉碎,尿素标准系列选择孔径为 0.5 mm 的筛,硫酸铵标准系列选择孔径为 0.2 mm 的筛,设置粉碎机转速为 15 000 r/min 然后按 7.1 步骤制备样片。

若试剂颗粒较大,不利于搅拌混合,应预先粉碎或研磨至粉末状。可使用粉碎机,将粉碎机转速调至最低,使用最大孔径筛进行粉碎。

### 7.3 样片的贮存

为避免样片吸水或受到污染,将压好的样片立即放入干燥器中,不能用手触及测量面。

表 2 尿素标准样片系列

系列号	尿素质量/g	硬脂酸质量/g	氮的质量分数/%
1	20.000 0	0.000 0	46.65
2	19.900 0	0.100 0	46.41
3	19.800 0	0.200 0	46.18
4	19.700 0	0.300 0	45.95
5	19.600 0	0.400 0	45.71
6	19.500 0	0.500 0	45.48

注:表中氮的质量分数为所用试剂均为纯净物时的数值,仅供参考。

表 3 硫酸铵标准样片系列

系列号	尿素质量/g	硬脂酸质量/g	氮的质量分数/%
1	20.000 0	0.000 0	21.20
2	19.800 0	0.200 0	20.99
3	19.600 0	0.400 0	20.78
4	19.400 0	0.600 0	20.56
5	19.200 0	0.800 0	20.35
6	19.000 0	1.000 0	20.14

注：表中氮的质量分数为所用试剂均为纯净物时的数值,仅供参考。

8 测量条件

仪器测量条件参见附录 A 中表 A.1,不同仪器可根据仪器实际情况选择合适的测量条件。

9 校准曲线

9.1 标准样片的测定

在选定的测量条件下,测量标准样片系列 NKα 谱线的 X 射线荧光强度。

9.2 背景校正

采用两点法扣除背景,按式(1)计算 NKα 谱线净强度 R。

$$R=R_P-\left(\frac{X_P-X_{B2}}{X_{B1}-X_{B2}}\times R_{B1}+\frac{X_P-X_{B1}}{X_{B2}-X_{B1}}\times R_{B2}\right) \dots\dots\dots (1)$$

- 式中：
- R<sub>P</sub> ——峰位的谱线强度；
  - R<sub>B1</sub> ——背景 1 的谱线强度；
  - R<sub>B2</sub> ——背景 2 的谱线强度；
  - X<sub>P</sub> ——峰位的 2θ 角度,单位为度(°)；
  - X<sub>B1</sub> ——背景 1 的 2θ 角度,单位为度(°)；
  - X<sub>B2</sub> ——背景 2 的 2θ 角度,单位为度(°)。

9.3 校准曲线的制作

根据测得的标准样片 NKα 谱线净强度以及对应氮的质量分数,制作校准曲线,校准方程见式(2)。

$$w=D+E\times R \dots\dots\dots (2)$$

- 式中：
- w ——氮的质量分数,％；
  - D ——校准曲线的截距；
  - E ——校准曲线的斜率；
  - R ——NKα 谱线净强度。

SN/T 3810—2014

10 测量

10.1 漂移校正

硫酸铵试料样片在测量前,应用参与校准曲线的标准样片对仪器进行漂移校正。可采用单点或两点校正,校正间隔依仪器稳定性而定。

10.2 试料样片的测量

压制好的样片应尽快进行测量。在选定的测量条件下,测量试料样片  $NK\alpha$  谱线的 X 射线荧光强度。

尿素在 X 射线长时间照射下不稳定,建议样片测量时间不超过表 A.1 规定的时间。同一样片不能连续测量,每次测量结束后,应将样片取出,放置 5 min 方可进行下一次测量。

10.3 测量结果的验证

每次测量时,至少使用一个含量相近,类型相同的标准样品或氮含量已知的试样,验证分析结果。

11 结果计算

根据测得的样片  $NK\alpha$  谱线强度,由校准曲线得出样片对应的氮的质量分数。  
待测试样的氮含量  $w$  以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$w = \frac{w_0 \times (100 - M)}{100} \dots\dots\dots (3)$$

式中:  
 $w_0$ ——样片对应的氮的质量分数,%;  
 $M$ ——试样中水分的质量分数,%。  
计算结果表示到小数点后两位。

12 精密度

见表 4。

表 4 方法精密度 %(质量分数)

试样类型	水平范围	重复性限 $r$	再现性限 $R$
尿素	46.15~46.62	0.139	0.329
硫酸铵	20.41~20.92	0.221	0.416

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器参考测量条件

仪器参考测量条件见表 A.1

表 A.1 仪器参考测量条件

元素谱线	晶体	准直器	检测器	电压 kV	电流 mA	峰位 (°)	背景 1 (°)	背景 2 (°)	峰位,背景 1,背景 2 测量时间 s
NK $\alpha$	PX5	700 $\mu$ m	流气	24	150	32.22	26.91	38.48	78,12,6 <sup>a</sup> 118,38,12 <sup>b</sup>
注：建议有条件的实验室使用测定氮元素专用准直器。									
<sup>a</sup> 尿素样片测量时间。 <sup>b</sup> 硫酸铵样片测量时间。									