

# 团 体 标 准

T/CNFAGS XXXX—20XX

## 尿素系统含氨介质中硫、氯含量的测定 X 荧光光谱法

Determination of sulfur and chlorine in ammonia-containing medium of urea system  
X-ray fluorescence spectrometry

（征求意见稿）

20XX – XX – XX 发布

20XX – XX – XX 实施

中国氮肥工业协会 发 布



## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国氮肥工业协会提出。

本文件由中国氮肥工业协会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：鲁西化工集团股份有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX。

# 尿素系统含氨介质中硫、氯含量的测定

## X 荧光光谱法

### 1 范围

本文件规定了一种X射线荧光光谱法检测尿素系统含氨介质中硫、氯含量的测定方法。

本方法适用于硫含量在0~50 mg/kg (0~50 mg/L) 范围、氯含量在0~50 mg/kg (0~50 mg/L) 范围的含氨介质的测定。

此法广泛应用于各种固、液样品中硫、氯含量的测定。

注：含有大量乙醇和甲醇时，会造成硫含量检测偏低。

### 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，仅所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 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 4756 石油液体手工取样法

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 一般规定

除非另有说明，在分析中仅适用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682的三级水。

除非另有说明，分析中所用溶液、制剂及制品，均按GB/T 603配制。

### 4 方法原理

样品放入样品池后，利用双曲面弯晶的分光与聚焦技术，将X射线光管的高强特征射线聚焦到样品较小面，激发样品中硫、氯元素的特征射线，再利用二级双曲面弯晶将硫、氯元素的特征射线聚焦到探测器上，由光电倍增管放大信号，光子计数器检测，采用硫、氯标准曲线，由所得信号值计算出试样的硫、氯含量。

### 5 试剂与材料

#### 5.1 载气：氢气。

5.2 氢氧化钾：分析纯，用于提供碱性环境。

5.3 二正丁基硫醚：优级纯；或经过计量认证的高浓度硫、氯标准溶液，用于配制硫、氯标准溶液。

5.4 精制白油或异丁醇：分析纯，硫含量低于 1mg/kg，用于标准样品的稀释。

5.5 超纯水或蒸馏水：用于容量瓶等玻璃器皿的洗涤。

5.6 20%硝酸溶液：用于玻璃仪器的清洗。

5.7 硫标准贮备液（硫含量为 500 mg/kg）：用白油或异丁醇稀释纯硫标准溶液至 500 mg/kg。移取不同体积的标准贮备液，用白油或异丁醇稀释至体积，得到一系列不同浓度的校准样品，用以制备校准曲线。

5.8 氯标准贮备液（氯含量为 500 mg/kg）：用白油或异丁醇稀释纯氯标准溶液至 500 mg/kg。移取不同体积的标准贮备液，用白油或异丁醇稀释至体积，得到一系列不同浓度的校准样品，用以制备校准曲线。

## 6 仪器与设备

### 6.1 氢气发生器

采用碱液电解制取氢气，作为气源给仪器主机供气。

### 6.2 交流稳压器

应确保电路电流的稳定供应。

### 6.3 单波长色散 X 荧光光谱仪

定量检测器，能测量被 X 射线源照射后形成的激发态再回到基态时所发射的荧光信号。

### 6.4 取样吸管

可选用 3 mL 的塑料取样吸管。

## 6 采样

按 GB/T 3723、GB/T 6680 和 GB/T 4756 规定的安全与技术要求采取样品。

7 测定步骤

7.1 仪器准备

7.1.1 用气管将仪器的进气口与氢气发生器的出气口相连接，并将仪器出气口引出的气管线接上单项截止阀。

7.1.2 配制 10 %的氢氧化钾溶液，倒入氢气发生器中，溶液的液位处于氢气发生器上标记的上液位和下液位之间。开启氢气发生器，产气量控制在 200 mL/min 以上。

7.2 标准曲线的绘制

7.2.1 标准曲线范围和标准溶液浓度的选择：使用硫、氯标准贮备液 (5.7、5.8) 作为校准用标准溶液。针对不同浓度范围的试样可以采用不同的标准曲线，推荐标准曲线的浓度范围见表 1。建立标准曲线用的标准溶液浓度范围应包含待测试样的浓度。

表 1 推荐标准曲线的浓度范围

硫或氯的浓度, mg/L		加入标准溶液的体积 (mL)	用异辛烷稀释至体积
C <sub>0</sub>	0.00	0.00	50
C <sub>1</sub>	1.00	0.10	50
C <sub>2</sub>	2.00	0.20	50
C <sub>3</sub>	5.00	0.50	50
C <sub>4</sub>	10.00	1.00	50
C <sub>5</sub>	20.00	2.00	50
C <sub>6</sub>	50.00	5.00	50

7.3 试样的测定

选择合适浓度范围的标准曲线检测试样中硫、氯含量。将样品注入样品杯中，确保最小深度为5 mm（至少1mL），完成测试样品压膜。将样品杯放入仪器样品仓中进行分析，平行测定两次，记录下硫、氯的浓度值。

注：单个样品准备时间小于10秒，单个样品分析时间最长不大于300秒。

7.4 结果的表示

以两次平行测定的算术平均值作为其分析结果，按 GB/T 8170 规定进行数值修约，精确至 0.1 mg/kg（或 0.1 mg/L）。

# 尿素系统含氨介质中硫、氯含量的测定

## X 荧光光谱法

### 编制说明

（征求意见稿）

鲁西集团编制组

2021 年 10 月

## 目录

1	任务来源.....	3
2	工作过程.....	4
3	任务分工.....	4
4	制定原则.....	4
5	内容及测定方法.....	5
5.1	适用范围 .....	5
5.2	测定原理 .....	5
5.3	测定过程 .....	5
6	标准属性和水平评价.....	5



# 《尿素系统含氨介质中硫、氯含量的测定-X 荧光光谱法》

## 编制说明

### 1 任务来源

尿素，又称碳酰胺（carbamide），是由碳、氮、氧、氢组成的有机化合物，又称脲，是一种白色晶体。最简单的有机化合物之一。碳酸的二酰胺，分子式为  $\text{H}_2\text{NCONH}_2$ （ $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ ），分子质量 60。哺乳动物和某些鱼类体内蛋白质代谢分解的主要含氮终产物。也是目前含氮量最高的氮肥。作为一种中性肥料，尿素适用于各种土壤和植物。它易保存，使用方便，对土壤的破坏作用小，是目前使用量较大的一种化学氮肥。工业上用氨气和二氧化碳在一定条件下合成尿素。

目前，工业上用氨气和二氧化碳在一定条件下合成尿素。其具体制备方法是经过净化的氨与二氧化碳按摩尔比 2.8~4.5 混合进入合成塔，塔内压力为 13.8~24.6 MPa，温度为 180~200℃，反应物料停留时间为 25~40min，得到含过剩氨和氨基甲酸铵的尿素溶液，经减压降温，将分离出氨和氨基甲酸铵后的尿液蒸发到 99.5%以上，然后在造粒塔造粒得到尿素成品。

在尿素生产过程中，因原料煤和换热介质循环水中含有硫、氯，经过燃烧、换热等过程，运行异常或管道渗漏时易带入含氨介质系统，造成介质污染和设备腐蚀，同时严重影响尿素产品质量。及时准确检测含氨介质中硫、氯含量，对生产系统安全稳定运行具有重要意义。

目前常用检测硫、氯含量的方法有银量法、碘量法、比浊(色)法、电位滴定法等分析过程繁琐且操作细节不统一，影响因素多，且目前行业内尚没有统一控制的指标要求。

因此，及时准确检测尿素中系统含氨介质中硫、氯含量，迫切需要制定《尿素系统含氨介质中硫、氯含量的测定-X 荧光光谱法》团体标准，以规范含氨介质中硫、氯含量的测定标准。

根据中国氮肥工业协会团体标准化工作委员会成立会暨 2020 年团体标准立项审议会会议要求，制定《尿素系统含氨介质中硫、氯含量的测定》（立项 16 号）。本文件由中国氮肥工业协会为组织牵头单位，鲁西集团有限公司为本文件的主要起草单位。

中国氮肥工业协会是组织开展标准化活动的全国性社会团体。制定中国氮肥工业协会团体标准（以下简称：中氮协标准）、推动企业标准化工作、提升产品质量和行业竞争力是中国氮肥工业协会标准化工作重点。中国境内的企业、社会团体和个人，均可提出制、修订中氮协标准的建议并参与有关工作。

中氮协团标按《中国氮肥工业协会团体标准管理办法》（试行）进行制定和管理。中氮协标准草案经向社会公开征求意见，并得到参加审查会议的四分之三及以上的专家、成员的投票赞同时方可通过，并由中国氮肥工业协会予以发布、出版。该标准实施后，中国氮肥工业协会应根据发展需要，组织专家进行复审，复审周期一般不超过三年。在本标准实施过程中，如发现需要修改或补充之处，请将意见和有关资料寄给中国氮肥工业协会，以便修订时参考。

## 2 工作过程

起草单位进行了国内外标准资料的搜集，国内外尚没有专门针对尿素系统含氮介质中硫、氯含量的测定的国家或行业标准，不与现行国家或行业标准冲突。

2020 年 1 月 6 日，在北京召开了标准项目立项评审会，会议上确定项目启动会议。

2020 年 4 月，编制完成团体标准文本和编制说明初稿。

2020 年 5 月～11 月，编制标准文本和编制说明草稿。

2020 年 12 月～2021 年 5 月，经讨论修改，完成工作组讨论稿。

## 3 任务分工

鲁西集团有限公司负责标准及编制说明初稿、征求意见稿及报批稿的编制，参与标准制定和讨论；中国氮肥协会负责开展行业调研、协调进度安排，征求意见，召开专家讨论会和标准论证会。

主要起草人及其主要工作

姓名	单位	主要工作
刘广菊	鲁西集团有限公司	标准制定、资料收集、试验验证、审校标准等工作。
杨硕	鲁西集团有限公司	标准制定、资料收集、试验验证、审校标准等工作。
庞玉娜	鲁西集团有限公司	指导、协调标准制定、资料收集、试验验证、审校标准等工作。

## 4 制定原则

依据《中华人民共和国标准化法》第九条、第十条、第十一条“制定标准应当有利于合理利用国家资源，推广科学技术成果，提高经济效益，并符合使用要求；有利于产品的通用互换，做到技术上先进，经济上合理；制定标准应当做到有关标准的协调配套；制定标准应当有利于促进对外经济技术合作和对

外贸易”的精神制定本文件。

## 5 内容及测定方法

### 5.1 适用范围

本标准规定了一种X射线荧光光谱法检测尿素系统含氮介质中硫、氯含量的测定方法。

本方法适用于硫含量在 0-50ppm 范围、氯含量在 0-50ppm 范围的含氮介质的测定。

此法广泛应用于各种固、液样品中硫、氯含量的测定。

注：含有大量乙醇和甲醇时，会造成硫含量检测偏低。

### 5.2 测定原理

样品放入样品池后，利用双曲面弯晶的分光与聚焦技术，将 X 射线光管的高强特征射线聚焦到样品较小面，激发样品中硫、氯元素的特征射线，再利用二级双曲面弯晶将硫、氯元素的特征射线聚焦到探测器上，由光电倍增管放大信号，光子计数器检测，采用硫、氯标准曲线，由所得信号值计算出试样的硫、氯含量。

### 5.3 测定过程

选择合适浓度范围的标准曲线检测试样中硫、氯含量。将样品注入样品杯中，确保最小深度为5mm（至少1ml），完成测试样品压膜。将样品杯放入仪器样品仓中进行分析，平行测定两次，记录下硫、氯的浓度值。

注：单个样品准备时间小于10秒钟，单个样品分析时间最长不大于300秒。

## 6 标准属性和水平评价

本文件与有关的现行法律、法规和强制性标准没有冲突，是参考国内现有国家、团体标准制定的。项目设置、技术指标的确定满足国内生产和应用的要求；试验方法经典、准确。因此本文件达到国内先进水平。本文件的制定对于规范国内市场、提高产品质量和促进商品贸易发展起到了指导、规范作用。该标准建议为推荐性标准。