



中华人民共和国国家标准

GB/T 32953—2016

肥料中三聚氰胺含量的测定 离子色谱法

Determination of melamine content for fertilizers—
Ion chromatography (IC) method

2016-08-29 发布

2017-03-01 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



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
肥料中三聚氰胺含量的测定
离子色谱法

GB/T 32953—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2016 年 11 月第一版 2016 年 11 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-56064 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本标准起草单位:上海出入境检验检疫局工业品与原材料检测技术中心、上海化工研究院。

本标准主要起草人:闵红、孙明星、蔡婧、周辉、刘刚、朱志秀、茅晔辉、屠虹、张继东、刘赞。



肥料中三聚氰胺含量的测定

离子色谱法

警告:本标准有可能涉及有害物质、危险操作和设备的安全。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的要求。

1 范围

本标准规定了肥料中三聚氰胺含量的离子色谱测定法。

本标准适用于复混肥料(复合肥料)、有机-无机复混肥料、有机肥料、缓释肥料及其他氮磷钾肥料中三聚氰胺含量的测定,测定含量范围为 15.0 mg/kg~10⁵ mg/kg。

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 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8571 复混肥料 实验室样品制备

3 方法提要

试样采用氨水甲醇水溶液经超声、振荡提取后高速离心,取上层清液氮气吹干,溶解定容,离子色谱进行检测,外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定,均使用分析纯试剂,实验用水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 甲基磺酸:色谱纯。

4.4 氨水:含量为 25%~28%。

4.5 三聚氰胺标准品,纯度大于 99.9%,CAS:108-78-1。

4.6 氨水甲醇水溶液:量取 20 mL 氨水、70 mL 甲醇和 10 mL 纯水,混匀。使用前配制。

4.7 离子色谱淋洗液:称取 0.29 g 甲基磺酸于 1 L 容量瓶中,加入 150 mL 乙腈,用纯水稀释至刻度。

4.8 标准储备液:称取 1 g(精确到 0.1 mg)三聚氰胺标准品,用纯水溶解定容于 1 L 容量瓶中,配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液,于 4 ℃冰箱内贮存。

4.9 标准中间液:吸取标准储备液(见 4.8)10 mL,于 100 mL 容量瓶内,用纯水定容至 100 mL,该溶液三聚氰胺浓度为 100 mg/L。

4.10 离子色谱标准工作溶液:由三聚氰胺标准中间液(见 4.9)和标准储备液(见 4.8)用离子色谱淋洗液稀释至 1.0 mg/L、5.0 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、250 mg/L 一系列浓度的标准工作溶液。于 4 ℃冰箱内贮存。

4.11 有机相滤膜:0.45 μm。

5 仪器和设备

5.1 离子色谱仪:配有数字型电导检测器。

5.2 循环往复振荡器:转速不低于 100 r/min。

5.3 超声波清洗器,功率≥100 W。

5.4 离心机:转速不低于 5 000 r/min。

5.5 具塞试管:可与氮吹仪配套使用。

5.6 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.7 氮气吹干仪。

6 试样制备与保存

取肥料代表性样品约 500 g,按 GB/T 8571 规定制备试样,装入样品瓶中,并做标记,置于干燥器中。

7 分析步骤

做两份试料的平行测定。

7.1 提取

称取制备好的肥料试料 1 g~2 g(精确至 0.000 1g),准确加入 50 mL(V_1)氨水甲醇水溶液(见 4.6)。超声 5 min,用循环往复振荡器以 100 r/min 高速振荡 30 min,然后在离心机上于 5 000 r/min 离心 5 min。

7.2 净化

准确移取 6 mL(V_2)上述离心的提取液(见 7.1)于具塞试管里,置于氮气吹干仪中,在 70 ℃水浴下吹干,准确加入 5 mL(V_3)离子色谱淋洗液溶解,过 0.45 μm 有机相滤膜,滤液(试液)待上机测定。

注:准确移取离心液中三聚氰胺的离心液体积,可以根据三聚氰胺的浓度高低进行调整,必须保证移取的离心液中三聚氰胺的量不超过 5 mg。

7.3 测定

7.3.1 离子色谱参考条件

- 色谱柱:分离柱为 IonPac R SCSi separator(4 mm×250 mm)或相当者。保护柱为 IonPac R SCSi Guard(4 mm×450 mm)或相当者;
- 淋洗液:3 mmol/L 甲基磺酸+15%(体积比)乙腈水溶液(见 4.7);
- 流速:0.9 mL/min;
- 进样量:10 μL;

- e) 柱温:30 ℃;
- f) 氮气:纯度大于 99.99%。

7.3.2 定性和定量

以三聚氰胺的浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,测定标准工作溶液系列(见 4.10)并绘制标准曲线。经提取、净化后的试液在离子色谱仪上测定,与标准工作溶液中三聚氰胺的离子色谱测定保留时间比对进行定性(离子色谱图参见附录 A 中图 A.1),外标法定量。标准工作溶液和试液中被测物的响应值均应在仪器线性响应范围内,如果含量超过标准曲线范围,应用离子色谱淋洗液稀释到适当浓度后再测定。

7.3.3 空白试验

除不加试料外,按上述操作步骤进行。

7.4 分析结果的计算和表述

三聚氰胺的含量 X ,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{(c_1 - c_0)V_3}{m} \times \frac{V_1}{V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c_1 —— 从标准曲线上得到的试液中三聚氰胺浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);
 - c_0 —— 从标准曲线上得到的空白试验中三聚氰胺浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);
 - V_3 —— 试料净化(见 7.2)后加入离子色谱淋洗液体积的数值,单位为毫升(mL);
 - V_1 —— 试料提取过程(见 7.1)中加入提取液的总体积的数值,单位为毫升(mL);
 - m —— 试料质量的数值,单位为克(g);
 - V_2 —— 试料净化过程(见 7.2)中移取的提取液的体积的数值,单位为毫升(mL)。
- 计算结果保留至小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

7.5 精密度

由 9 个实验室对 5 个样品进行 3 浓度水平(0.1%、1.0%和 10%)添加回收测试,平行测定 2 次。对于所得到的验证数据,根据 GB/T 6379.2 进行验证和处理,得到的重复性限(r)和再现性限(R)见表 1。

表 1 精密度

浓度水平范围 $m/\%$	重复性限 r	再现性限 R
0.1~10	$r=0.077\ 2m+0.003$	$R=0.197m-0.009$

附录 A
(资料性附录)
三聚氰胺标准物质的离子色谱图

图 A.1 给出了三聚氰胺标准物质的离子色谱图。

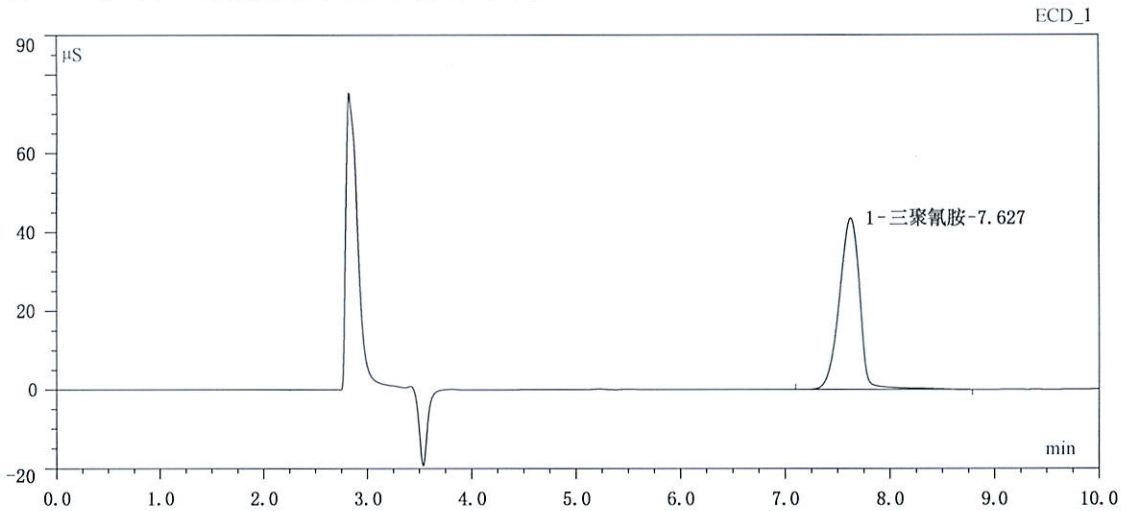


图 A.1 三聚氰胺标准物质的离子色谱图



GB/T 32953-2016

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 • 1-56064

定价: 14.00 元