ICS 65.080
G 20

中华人民共和国国家标准

GB/T 22924—2008

复混肥料(复合肥料)中缩二脲含量的测定

Determination of biuret content for compound fertilizers(complex fertilizers)

2008-12-31 发布　　2009-08-01 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

食品伙伴网http://www.foodmate.net

前　言

本标准的附录A为资料性附录。

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/TC 105)归口。

本标准起草单位:济宁市质量技术监督局、山东省化工研究院、国家化肥质量监督检验中心(上海)、金沂蒙集团有限公司。

本标准主要起草人:纪胜、崔爱红、韩书霞、邱娟、吴明燕、杨一、于朋玲、李世慧、孙大勇、段苏然、黄宾。

本标准为首次发布。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

复混肥料(复合肥料)中缩二脲含量的测定

1 范围

本标准规定了复混肥料(复合肥料)中缩二脲含量测定的试验方法:液相色谱法、分光光度法。

本标准适用于基础肥料中含有尿素的复混肥料(复合肥料)中缩二脲含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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

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

3 试验方法

3.1 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 2843 的规定制备。

3.2 高效液相色谱法

3.2.1 方法提要

采用反相液相色谱法,用紫外检测器,外标法计算缩二脲的含量。

3.2.2 试剂和溶液

3.2.2.1 甲醇:色谱纯;

3.2.2.2 磷酸二氢钾;

3.2.2.3 缩二脲:

称取约 15 g 缩二脲(化学纯)于烧杯中,加入 500 mL 体积分数为 95%乙醇中,加热溶解,趁热过滤,滤液浓缩至 250 mL,冷却至 5 ℃,使结晶析出,过滤,在 105 ℃下烘干备用。在 3.2.6 规定的条件下应无杂质峰;

3.2.2.4 磷酸溶液:30 g/L;

3.2.2.5 氢氧化钾溶液:40 g/L ;

3.2.2.6 磷酸二氢钾溶液:10 g/L;

称取 10 g 磷酸二氢钾溶解入 1 L 水中,用磷酸溶液或氢氧化钾溶液调节 pH=6.0,摇匀,用 0.45 μm 滤膜过滤,备用。

3.2.2.7 流动相:甲醇 5 mL+磷酸二氢钾溶液 95 mL,使用前用 0.45 μm 滤膜过滤,并超声脱气;

3.2.2.8 缩二脲标准溶液:0.5 mg/mL;

称取 0.5 g(准确至 0.000 2 g)缩二脲(3.2.2.3),溶解于不含二氧化碳的水中,转移至 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该标准溶液使用前制备。

3.2.2.9 洗脱液:水 10 mL+甲醇 90 mL,使用前用 0.45 μm 滤膜过滤,并超声脱气。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

3.2.3 **仪器设备**

一般实验室仪器和下列仪器。

3.2.3.1 超声波清洗器；

3.2.3.2 高效液相色谱仪：带紫外检测器；

3.2.3.3 微量注射器：10 μL～50 μL；

3.2.3.4 针头过滤器：备孔径 0.45 μm 水相微孔滤膜；

3.2.3.5 5 μL 定量环。

3.2.4 **试样的制备**

按 GB/T 8571 规定制备。

3.2.5 **分析步骤**

3.2.5.1 **缩二脲标准系列溶液的配制**

按表 1 所示，分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 缩二脲标准溶液(3.2.2.8)置于 6 个 25 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。用 0.45 μm 水相微孔滤膜，过滤，备用。

表 1

缩二脲标准溶液体积/mL	对应的缩二脲含量/mg
0.00[a]	0.00
0.50	0.25
1.00	0.50
3.00	1.50
5.00	2.50
10.00	5.00

[a] 试剂空白溶液。

3.2.5.2 **试样溶液的制备**

称取试样 0.1 g～0.5 g(准确至 0.000 2 g，以含缩二脲 1 mg～2 mg 为宜)于 25 mL 烧杯中，加入 10 mL 流动相，超声波清洗器超声 10 min，转移至 25 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，静置，用针头过滤器过滤，得试样溶液。

3.2.5.3 **高效液相色谱分析条件**

推荐的高效液相色谱操作条件见表 2，典型高效液相色谱图参见附录 A。其他能达到同等分离程度的高效液相色谱操作条件均可使用。

表 2

色谱柱	可耐纯水相的色谱柱，具有 C_{18} 填料(粒度为 5 μm)，柱长 250 mm，内径 4.6 mm
流速	1.2 mL/min
进样量	5 μL
柱温	室温
检测波长	200 nm

可根据装置不同，气候条件不同，选择最佳分离条件。

3.2.6 **定量测定**

3.2.6.1 **标准曲线的绘制**

参照仪器操作条件，将液相色谱仪调节至最佳测定状态。分别进样 5 μL，测定缩二脲系列标准溶

食品伙伴网http://www.foodmate.net

液(3.2.5.1)。每个标准溶液重复测定三次。以测得的峰高或峰面积均值分别对应缩二脲质量(mg)绘制标准曲线或求得线性回归方程。

3.2.6.2 试样的测定

用测定标准系列的操作条件测定试样溶液,测得峰高或峰面积值后,由标准曲线或线性回归方程得试样溶液中缩二脲质量(mg)。测定完成后,首先用洗脱液冲洗系统 30 min,然后用甲醇冲洗系统 30 min,最后按仪器操作规程关闭仪器。

3.2.7 结果计算

缩二脲的质量分数 w_1,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中:

m_1——与试料峰面积或峰高相对应的由标准曲线查出或由线性回归方程计算出的缩二脲的质量的数值,单位为毫克(mg);

m——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

3.3 分光光度法

3.3.1 方法提要

用无水乙醇作溶剂,利用超声波提取试样中的缩二脲,在硫酸铜、酒石酸钾钠的碱性溶液中生成紫红色配合物,在波长为 550 nm 处测定吸光度,得试样中缩二脲的含量。

3.3.2 试剂和溶液

3.3.2.1 无水乙醇。

3.3.2.2 过氧化氢。

3.3.2.3 酒石酸钾钠碱性溶液:100 g/L;称取 80 g 氢氧化钠溶解于 500 mL 水中,冷却,加入 100 g 酒石酸钾钠($NaKC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$)溶解后,用水稀释至 1 L,混匀,静置过夜,使用前过滤。

3.3.2.4 硫酸铜溶液:30 g/L;称取 30 g 硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)溶解于水中,过滤,用水稀释至 1 L。

3.3.2.5 缩二脲标准溶液:2 mg/mL;称取 2 g(准确至 0.000 2 g)缩二脲(3.3.2.2)溶解于不含二氧化碳的水中,转移至 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该标准溶液使用前制备。

3.3.3 仪器设备

一般实验室仪器和下列仪器。

3.3.3.1 电热干燥箱:可控温度在 105 ℃±2 ℃;

3.3.3.2 超声波清洗器;

3.3.3.3 恒温水浴:可控温度在 30 ℃±5 ℃;

3.3.3.4 分光光度计,带有光程为 3 cm 的吸收池,可在 550 nm 处测量。

3.3.4 分析步骤

3.3.4.1 试样制备

按 GB/T 8571 规定制备试样。

3.3.4.2 标准曲线的绘制

3.3.4.2.1 标准比色溶液的配制

按表 3 所示,分别移取 0.00 mL(为补偿溶液)、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL、30.00 mL 缩二脲标准溶液,置于 8 个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 70 mL,然后依次加入 10.0 mL 酒石酸钾钠碱性溶液和 10.0 mL 硫酸铜溶液,稀释至刻度,摇匀。置于 30 ℃±5 ℃的水浴中,不时摇动下,保持 20 min。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

表 3

缩二脲标准溶液体积/mL	对应的缩二脲含量/mg
0.00	0.00
2.50	5.00
5.00	10.00
10.00	20.00
15.00	30.00
20.00	40.00
25.00	50.00
30.00	60.00

3.3.4.2.2 **吸光度的测定**

在 30 min 内，以水作为参比溶液，用 3 cm 光程的吸收池，在波长 550 nm 处，测定上述溶液的吸光度。

3.3.4.2.3 **标准曲线的绘制**

用标准比色溶液的吸光度减去补偿溶液的吸光度为纵坐标，以相对应的标准比色溶液中缩二脲的质量(mg)为横坐标，绘制标准曲线或求得线性回归方程。

3.3.4.3 **试样的测定**

3.3.4.3.1 **试样溶液的制备**

称取试样 2 g～6 g(准确至 0.001 g，以含缩二脲 10 mg～60 mg 为宜)，置于锥形瓶中，加入 30 mL 无水乙醇，置于超声波清洗器中，超声 10 min 后，用快速定性滤纸过滤，用无水乙醇洗涤(洗涤 5 次～8 次，每次约 2 mL～3 mL 无水乙醇)，合并滤液和洗液(若溶液有颜色，可加入过氧化氢 1 mL～2 mL)，在沸水浴上蒸干。用水溶解残渣，冷却后用慢速定性滤纸过滤，用水洗涤滤纸(洗涤 5 次～8 次，每次约 3 mL～5 mL 水)。合并滤液和洗液于 100 mL 容量瓶中，溶液体积应控制约 70 mL，依次加入 10.0 mL 酒石酸钾钠碱性溶液和 10.0 mL 硫酸铜溶液，用水稀释至刻度，摇匀。置于 30 ℃±5 ℃的水浴中，不时摇动下保持 20 min。

3.3.4.3.2 **空白试验**

除不加试样外，操作步骤和使用的试剂与测定时相同。

3.3.4.3.3 **吸光度的测定**

按 3.3.4.2.2 的规定进行操作。

3.3.5 **分析结果的表述与计算**

缩二脲的质量分数 w_2，数值以%表示，按式(2)计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

m_1——与试料吸光度相对应的由标准曲线查出或线性回归方程计算出的缩二脲的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m_0——与空白吸光度相对应的由标准曲线查出或线性回归方程计算出的缩二脲的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m——试料的质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

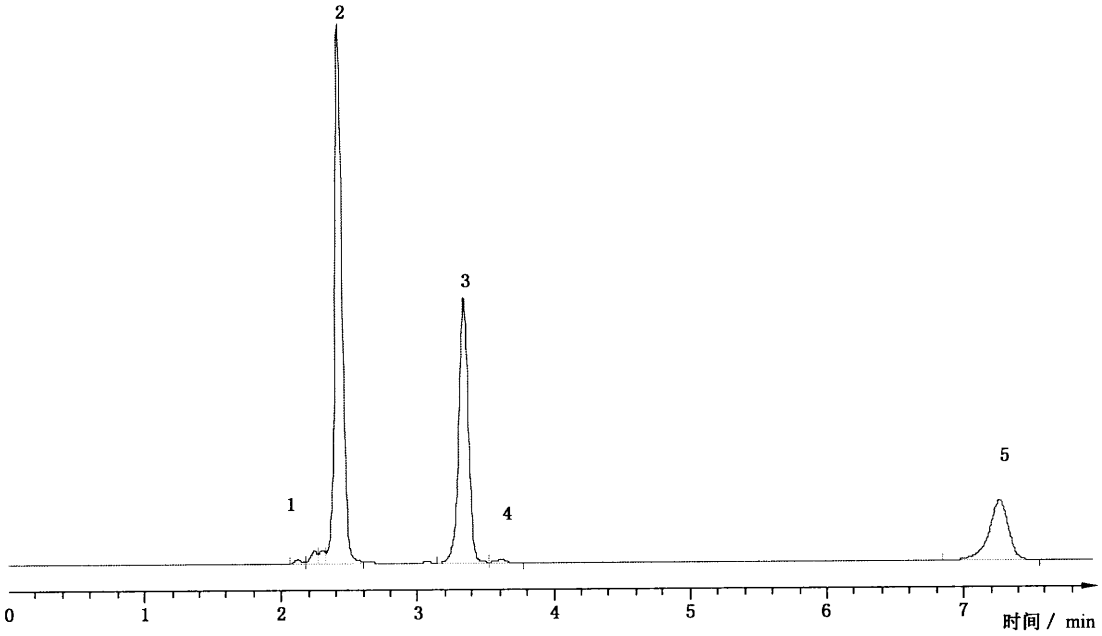
4 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于 10%。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

附 录 A
（资料性附录）
复混肥样品谱图

A.1 复混肥样品谱图见图 A.1。



1——未知峰；
2——尿素；
3——缩二脲；
4——未知峰；
5——未知峰。

图 A.1 复混肥样品谱图

食品伙伴网http://www.foodmate.net