

中华人民共和国国家标准

GB/T —XXXX

肥料中三聚氰胺含量的测定 离子色谱法

Determination of melamine in fertilizer by ion chromatography(IC)

(征求意见稿)

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 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

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的规定起草。

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/TC105）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、国家化肥质量监督检验中心(上海)。

本标准主要起草人：

本标准为首次发布。

肥料中三聚氰胺含量的测定 离子色谱法

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。

本标准适用于复合肥、复混肥、有机肥、缓释肥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 $15.0\text{ mg/kg} \sim 10^5\text{ mg/kg}$ 。

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 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 $25\% \sim 28\%$ 。

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（4.4）， 70 mL 甲醇（4.1）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（4.3）于 1 L 容量瓶中，加入 150 mL 乙腈（4.2），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（4.5），用纯水溶解定容于 1 L 容量瓶中，配制成浓度为 1000 mg/L 的标准储备溶液，于 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱内贮存。

4.9 标准中间液：吸取标准储备液（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（4.9）和标准储备溶液（4.8）用离子色谱淋洗液（4.7）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≥100W。

5.4 离心机：转速不低于 5000 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 0.0001 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，并标明标记，置于干燥器中。

7 测定步骤

7.1 提取

称取制备好的肥料试样 1~2 g（精确至 0.01 g），准确加入 50 mL（ V_1 ）氨水甲醇水溶液（4.6）。超声 5 min，用循环往复振荡器（5.2）以 100 r/min 高速振荡 30 min，然后在离心机（5.4）上于 5000 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（7.1）于具塞试管（5.5）里，置于氮吹仪（5.7）中，在 70℃水浴下吹干，准确加入 5 mL（ V_3 ）离子色谱淋洗液（4.7）溶解，过 0.45 μm 有机相滤膜（4.11），滤液（试液）待上机测定（离子色谱仪）。

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(4×250 mm)或相当者。保护柱为 IonPac R SCSi Guard(4×450 mm)或相当者。
- 淋洗液：3 mmol/L 甲基磺酸+15 % (体积比) 乙腈水溶液（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

经提取、净化后的试液在离子色谱仪上测定，以标准工作液中三聚氰胺的离子色谱测定保留时间比对进行定性。（保留时间-离子色谱图参见附录A中图1）。

以被测物三聚氰胺的峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，离子色谱标准工作溶液系列（4.10）绘制标准工作曲线，外标法定量。标准工作溶液和样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（4.7）稀释到适当浓度后再测定。（三聚氰胺标准溶液的离子色谱图参见附录A中图1。）

7.3.3 空白试验

除不加试样外，均按上述操作步骤进行。

7.4 结果计算和表述

试样中三聚氰胺的含量按式（1）计算，计算结果需扣除空白值。

$$X_i = \frac{C_i \times V_3}{m} \times K \quad (1)$$

式中：

- X_i —— 试样中三聚氰胺含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
 C_i —— 从标准曲线上得到的样液中三聚氰胺的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
 m —— 称取的试样质量，单位为克（g）；
 V_3 —— 样品净化（7.2）后加入离子色谱淋洗液（4.7）的体积，单位为毫升（mL）；
 K —— 样品前处理过程中的稀释倍数，按式（2）计算。

$$K = \frac{V_1}{V_2} \quad (2)$$

式中：

- V_1 —— 样品提取过程（7.1）中加入提取液的总体积，单位为毫升（mL）；
 V_2 —— 样品净化过程（7.2）中吸取的提取液的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果以两次平行试验结果的算术平均值表示，保留3位有效数字。

7.5 精密度

本标准实验室内允许差（ r ）和实验室间允许差（ R ）见表1。

表1 精密度

水平范围 m /(mg/kg)	重复性限 r	再现性限 R
15.0~10 ⁵	$r=0.0772m+0.003$	$R=0.197m-0.009$

附 录 A
(资料性附录)
三聚氰胺标准物质的离子色谱图

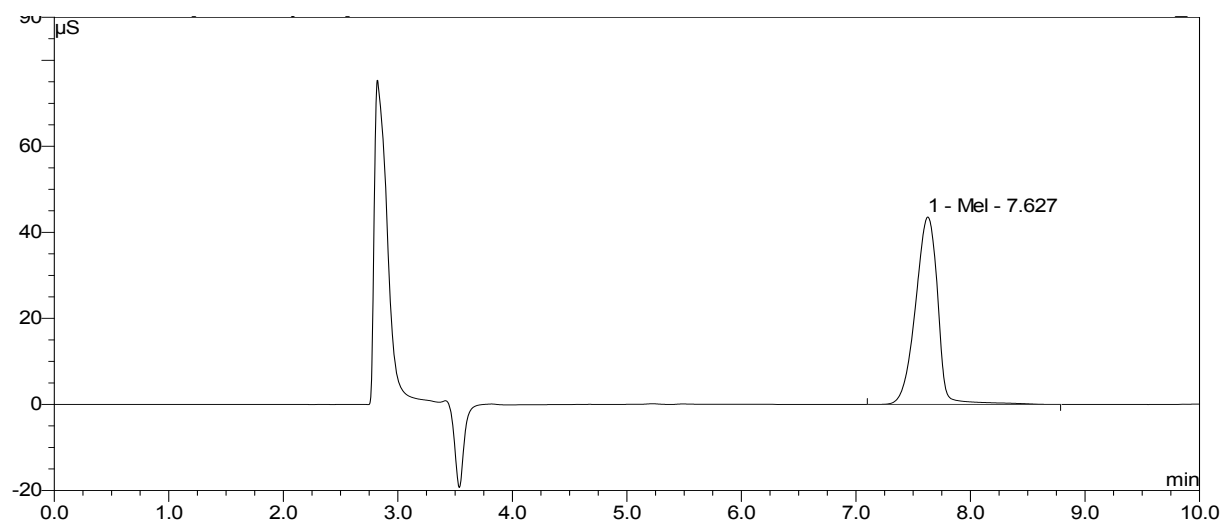


图 1 三聚氰胺标准物质的离子色谱图