



# 中华人民共和国国家标准

GB/TXXXXX—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)

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(送审稿)

(2014. 12. 15)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX

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 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/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、上海化工研究院。

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

# 肥料中三聚氰胺含量的测定 离子色谱法

警告：本部分有可能涉及到有害物质、危险操作和设备的安全。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，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 mg/kg~10<sup>5</sup>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%~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 1g（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 1000mg/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（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 100mg/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：0.45μm。

## 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 100r/min。

5.3 超声波清洗器，功率≥100W。

5.4 离心机：转速不低于 5000r/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，并做标记，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 g~2 g（精确至 0.01g），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 0.45μm 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

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

以被测物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 (4.10) 并绘制校准曲线。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。

### 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) 中移取的提取液的体积，单位为毫升 (mL)。

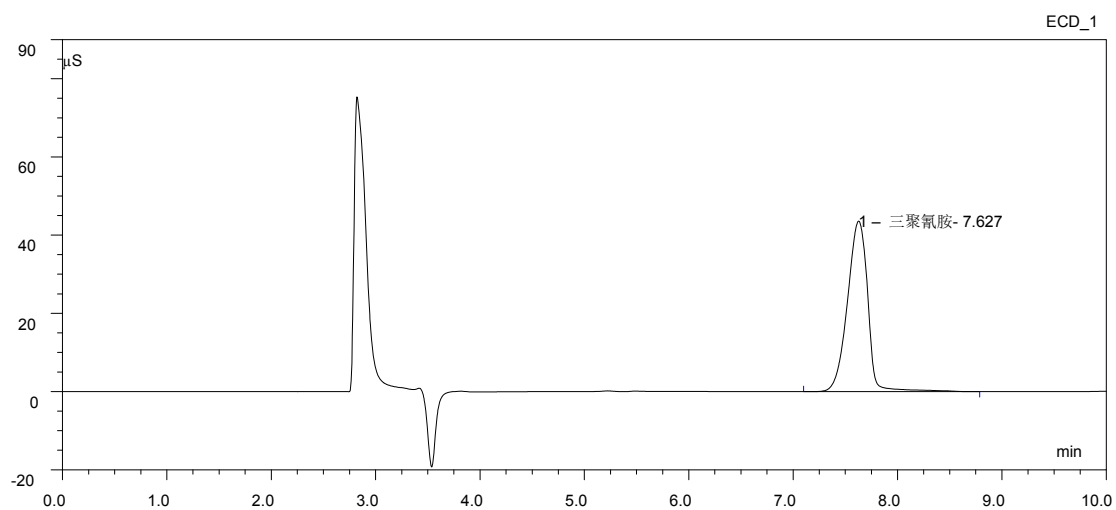
计算结果以两次平行试验结果的算术平均值表示，保留3位有效数字。

## 7.5 精密度

实验室内允许差 ( $r$ ) 和实验室间允许差 ( $R$ ) 参见附录 B。

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

附 录 B  
(资料性附录)  
精密度资料

由9个实验室对5个样品进行3浓度水平（0.1%，1.0%，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/T6379.2-2004进行验证和处理，得到本标准实验室内允许差（ $r$ ）和实验室间允许差（ $R$ ）见表B.1。

表B.1 精密度

| 水平范围 $m/\%$ | 重复性限 $r$          | 再现性限 $R$         |
|-------------|-------------------|------------------|
| 0.1~10      | $r=0.0772m+0.003$ | $R=0.197m-0.009$ |