



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

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。

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。