

ICS 65.080
CCS G 20

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4429—2023

肥料增效剂 苯基磷酰二胺(PPD) 含量的测定

Fertilizer synergists—Determination of phenyl phosphonic diamide content

2023-12-22 发布

中华人民共和国农业农村部 发布



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由农业农村部种植业管理司提出。

本文件由农业农村部肥料标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、中国农学会、中国植物营养与肥料学会、土壤肥料产业联盟。

本文件主要起草人：保万魁、黄均明、韩岩松、刘红芳、王旭。



肥料增效剂 苯基磷酰二胺(PPD)含量的测定

1 范围

本文件规定了肥料增效剂苯基磷酰二胺的高效液相色谱测定方法。
本文件适用于固体或液体苯基磷酰二胺及肥料中苯基磷酰二胺的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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

NY/T 887 液体肥料 密度的测定

NY/T 3505 肥料增效剂及使用规程

3 术语和定义

NY/T 3505 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试样中的苯基磷酰二胺用水提取,经液相色谱分离后,用紫外检测器或二极管阵列检测器在 224 nm 处检测,外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 除另有说明外,本文件中所用试剂为色谱纯,水符合 GB/T 6682 中一级水要求。

5.2 乙腈(C_2H_3N ,CAS号:614-16-4)。

5.3 苯基磷酰二胺标准品,纯度 $\geq 99.5\%$;在 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下储存。

5.4 苯基磷酰二胺标准溶液: $\rho(\text{PPD}) = 1\ 000\ \text{mg/L}$ 。准确称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)苯基磷酰二胺标准品(5.3),置于 100 mL 容量瓶中,加入 50 mL 水并振荡至完全溶解后,用水定容。现用现配。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器或二极管阵列检测器。

6.2 超声波提取仪:温度可控制在 $(25\pm 5)\text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.3 电子天平:感量为 0.01 g 和 0.000 1 g。

6.4 微孔滤膜:0.45 μm ,水系。

7 分析步骤

7.1 试样制备

7.1.1 固体试样制备

固体样品缩分至约 100 g,将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛(如样品潮湿,可通过 1.00 mm 试验筛),混合均匀,置于洁净、干燥容器中。

7.1.2 液体试样制备

液体样品经摇动均匀后,迅速取出约 100 mL,置于洁净、干燥容器中。

7.2 试样溶液制备

称取 0.1 g~3 g(精确至 0.000 1 g)混合均匀的试样于 250 mL 容量瓶中,加水 200 mL,塞紧瓶塞,摇动容量瓶使试料分散,置于(25±5)℃超声波提取仪内,超声提取 5 min,取出,用水定容并摇匀,过微孔滤膜(6.4)后待测。

7.3 仪器参考条件

- 色谱柱:C₁₈,粒径 5 μm,150 mm×4.6 mm,或相当者。
- 流动相:甲醇与水按体积比 40:60 混合。
- 流速:1.5 mL/min。
- 柱温:(25±5)℃。
- 进样量:10 μL;
- 检测波长:224 nm;
- 标准品液相色谱图见图 A.1。

7.4 标准曲线的绘制

分别吸取苯基磷酰二胺标准溶液(5.4)0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 于 6 个 10 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀。该标准系列溶液质量浓度分别为 0 mg/L、20 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、300 mg/L。过微孔滤膜后,按浓度由低到高进样,按 7.3 条件测定,以标准系列溶液质量浓度(mg/L)为横坐标、以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

注:可根据不同仪器灵敏度或样品含量调整标准系列溶液的质量浓度。

7.5 试样溶液的测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后,按 7.3 条件测定,在标准曲线上查出相应的质量浓度(mg/L)。

8 分析结果的表述

苯基磷酰二胺含量以质量分数 ω 计,数值以百分率表示,按公式(1)计算。

$$\omega = \frac{\rho VD \times 10^{-3}}{m \times 10^3} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ ——由标准曲线查出的试样溶液苯基磷酰二胺质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);
- D ——测定时试样溶液的稀释倍数;
- 10⁻³ ——将毫升换算成升的系数,以升每毫升(L/mL)表示;
- m ——试料质量的数值,单位为克(g);
- 10³ ——将克换算成毫克的系数,以毫克每克(mg/g)表示。

取 2 次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留到小数点后 2 位。

9 允许差

平行测定结果和不同实验室测定结果允许差应符合表 1 的要求。

表 1 测定结果允许差

苯基磷酰二胺质量分数, %	平行测定结果的绝对差值, %	不同实验室结果的绝对差值, %
<1.00	≤0.20	≤0.40
1.00≤ω<10.0	≤0.50	≤1.00
10.0≤ω<50.0	≤1.0	≤2.0
≥50.0	≤2.0	≤3.0

10 质量浓度的换算

液体试样苯基磷酰二胺含量以质量浓度 ρ₁ 计,单位为克每升(g/L),按公式(2)计算。

$$\rho_1 = 1000\omega\rho \dots\dots\dots (2)$$

式中：

1 000——将克每毫升换算为克每升的系数，以毫升每升(mL/L)表示；

ω ——试样中苯基磷酰二胺的质量分数；

ρ ——液体试样密度的数值，单位为克每毫升(g/mL)。

结果保留到小数点后 1 位。

液体试样密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。

11 方法检出限和定量限

称样量为 3 g、定容体积为 250 mL 时，方法的检出限为 0.004%，定量限为 0.012%。

附录 A

(资料性)

苯基磷酸二胺标准品液相色谱图

100 mg/L 苯基磷酸二胺标准品液相色谱图见图 A.1。

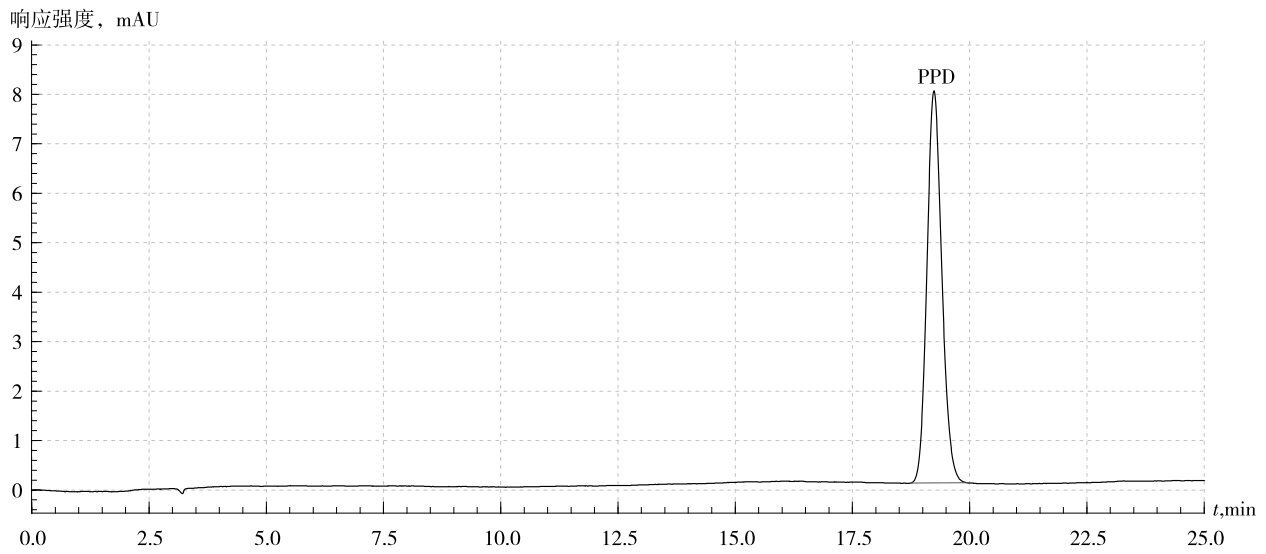


图 A.1 100 mg/L 苯基磷酸二胺标准品液相色谱图