



中华人民共和国国家标准

GB/T 22924—2024

代替 GB/T 22924—2008

复合肥料中缩二脲含量的测定

Determination of biuret content for compound fertilizers

2024-09-29 发布

2025-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

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。

本文件代替 GB/T 22924—2008《复混肥料（复合肥料）中缩二脲含量的测定》，与 GB/T 22924—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 确定了高效液相色谱法为仲裁法（见第4章）；
- 更改了高效液相色谱法的相关技术内容（见5.2，2008年版的3.2）。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会（SAC/TC 105）归口。

本文件起草单位：上海化工院检测有限公司、新洋丰农业科技股份有限公司、贵州省产品质量检验检测院、上海化工研究院有限公司、中化化肥有限公司、山东省产品质量检验研究院。

本文件主要起草人：黄河清、杨磊、周大颖、王新慧、马欣萍、张娟、黄富林、王露、殷炯、朱海荣、程化鹏、张慧、高璐阳。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- GB/T 22924—2008。

复合肥料中缩二脲含量的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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条件。

1 范围

本文件描述了采用高效液相色谱法或分光光度法测定复合肥料中缩二脲含量的方法。

本文件适用于含有尿素的复合肥料中缩二脲含量的测定。其他含缩二脲的无机肥料中缩二脲含量测定可参照执行。

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 6274 肥料和土壤调理剂 术语

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

GB/T 15063 复合肥料

3 术语和定义

GB/T 6274 和 GB/T 15063 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法提要

用超声提取样品中的缩二脲后，采用高效液相色谱法或分光光度法测定缩二脲的含量，以高效液相色谱法为仲裁法。

5 试验方法

5.1 样品制备

按 GB/T 8571 制备供分析用的实验室样品（通称试样）。

5.2 方法一 高效液相色谱法

5.2.1 原理

试样中的缩二脲经乙腈-水溶液（流动相）提取，采用带氨基/氨丙基柱的反相液相色谱法分离，利用紫外检测器或二极管阵列检测器定量并计算缩二脲的含量。

5.2.2 试剂或材料

- 5.2.2.1 本方法中所使用的水，在未说明规格时，应符合 GB/T 6682 中的一级水规格。
- 5.2.2.2 乙腈：色谱纯。
- 5.2.2.3 流动相：水 150 mL+乙腈 850 mL，使用前用 0.22 μm 滤膜过滤，并超声脱气。
- 5.2.2.4 缩二脲：有证标准物质或称取约 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℃±2℃ 下烘干备用。
- 5.2.2.5 缩二脲标准溶液：0.5 mg/mL。称取 0.5 g（精确至 0.000 2 g）缩二脲（5.2.2.4），溶解于流动相（5.2.2.3）中，转移至 1 L 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。使用前制备。

5.2.3 仪器设备

- 5.2.3.1 实验室常用仪器设备。
- 5.2.3.2 分析天平，分度值为 0.1 mg。
- 5.2.3.3 有机相微孔滤膜，孔径为 0.22 μm。
- 5.2.3.4 电热干燥烘箱，可控温度在 105℃±2℃。
- 5.2.3.5 超声波清洗器。
- 5.2.3.6 高效液相色谱仪，带紫外检测器或二极管阵列检测器。

5.2.4 试验步骤

5.2.4.1 缩二脲标准系列溶液的配制

按表 1 所示，分别移取 0.00 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 缩二脲标准溶液（5.2.2.5），置于 6 个 25 mL 容量瓶中，用流动相（5.2.2.3）稀释至刻度，摇匀。用 0.22 μm 有机相微孔滤膜的针头过滤器过滤。

表 1 缩二脲标准系列溶液

缩二脲标准溶液体积/mL	对应的缩二脲质量浓度/（mg/L）
0.00 ^a	0.0
0.10	2.0
0.50	10.0
1.00	20.0
3.00	60.0
5.00	100.0
^a 试剂空白溶液。	

5.2.4.2 试样溶液的制备

平行做两份试验。

称取试样 0.1 g~0.5 g（精确至 0.000 2 g，以含缩二脲约 1 mg 左右为宜），置于 25 mL 烧杯中，加入 10 mL 流动相（5.2.2.3），置于超声波清洗器中，超声 10 min，转移到 25 mL 容量瓶中（用流动相冲洗），并用流动相（5.2.2.3）定容，摇匀，静置，用带 0.22 μm 有机相微孔滤膜的针头过滤器过滤待分析的试样溶液。

5.2.4.3 高效液相色谱分析条件

高效液相色谱推荐分析条件见表 2，典型高效液相色谱图见附录 A。其他能达到同等分离程度的高效液相色谱分析条件均可使用。

表 2 高效液相色谱推荐分析条件

色谱柱	氨基或氨丙基柱，填料粒度为5 μm，柱长为250 mm，内径为4.6 mm
流动相	乙腈/水（体积比）=85/15
流速	1.0 mL/min
进样量	10 μL
柱温	35 °C
检测波长	195 nm

若试样中含有硝态氮，推荐使用梯度洗脱仪器条件进行分离，推荐梯度洗脱程序见表 3。

表 3 含有硝态氮试样的推荐梯度洗脱程序

时间/min	乙腈/水（体积比）
0.00	85/15
6.50	85/15
7.00	70/30
20.00	70/30
20.50	85/15
30.00	85/15

5.2.4.4 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 10 μL，测定缩二脲标准系列溶液（5.2.4.1），每个标准溶液重复测定两次，以测得的峰面积均值分别对应缩二脲质量浓度（mg/L）绘制标准曲线，或求得线性回归方程。

5.2.4.5 试样溶液的测定

用测定标准溶液相同的操作条件测定试样溶液（5.2.4.2），测得峰面积，然后根据标准曲线或线性回归方程求得每份试样溶液中的缩二脲质量浓度（mg/L）。若试样溶液中缩二脲质量浓度过高，应适当稀释。

5.2.5 试验数据处理

缩二脲的质量分数 w_1 按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{\rho_1 \times D \times V}{m_1 \times 10^4}$$

.....（1）

式中：

- w_1 —— 缩二脲的质量分数，%；
- ρ_1 —— 由标准曲线或线性回归方程得出的试样溶液缩二脲的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

- D —— 测定时试样溶液的稀释倍数；
- V —— 试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）（本方法中 $V=25\text{ mL}$ ）；
- m_1 —— 试料的质量，单位为克（g）；
- 10^4 —— 将毫克每千克换算成质量分数的系数。

计算结果表示到小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.2.6 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）的情况不超过5%，重复性限（ r ）按公式（2）计算：

$$r = 0.040\ 3w + 0.014\ 3 \dots\dots\dots (2)$$

- 式中：
- r —— 缩二脲含量的重复性限，%；
 - w —— 两个缩二脲含量测定值的平均值，%。

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于0.19%，以大于0.19%的情况不超过5%为前提。

注：从实验室间试验结果得到的统计数据见附录B。

5.3 方法二 分光光度法

5.3.1 原理

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。

注：该方法不适用于有色样品或在试验样品溶液制备过程中产生沉淀的样品。

5.3.2 试剂或材料

5.3.2.1 本方法中所用的试剂，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂；本方法中所使用的水，在未说明规格时，应符合GB/T 6682中的三级水规格。

5.3.2.2 无水乙醇。

5.3.2.3 过氧化氢。

5.3.2.4 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（ $\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ）溶解后，用水稀释至1 L，混匀，静置不少于8 h，使用前过滤。

5.3.2.5 硫酸铜溶液：30 g/L。称取30 g硫酸铜（ $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）溶解于水中，过滤，用水稀释至1 L。

5.3.2.6 缩二脲标准溶液：2 mg/mL。称取2 g（精确至0.000 2 g）缩二脲（5.2.2.4）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。使用前制备。

5.3.3 仪器设备

5.3.3.1 实验室常用仪器设备。

5.3.3.2 分析天平，分度值为0.1 mg。

5.3.3.3 电热干燥烘箱，可控温度在 $105\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.3.3.4 超声波清洗器。

5.3.3.5 恒温水浴振荡器，可控温度在 $30\text{ }^\circ\text{C}\pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 。

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

5.3.4 试验步骤

5.3.4.1 标准曲线的绘制

5.3.4.1.1 标准比色溶液的配制

按表 4 所示，分别移取 0.00 mL、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（5.3.2.6），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。30℃±5℃ 水浴振荡 20 min。

表 4 缩二脲标准系列溶液

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

5.3.4.1.2 吸光度的测定

在 30 min 内，以缩二脲为零的溶液作为参比溶液，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。

5.3.4.1.3 标准曲线的绘制

用标准比色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。

5.3.4.2 试样的测定

5.3.4.2.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。
称取试样 2 g~6 g（精确至 0.001 g，以含缩二脲约 10 mg~50 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。于 30℃±5℃ 下水浴振荡 20 min。

5.3.4.2.2 空白试验

除不加试料外，操作步骤和使用的试剂与测定时相同。

5.3.4.2.3 吸光度的测定

按 5.3.4.1.2 的规定进行操作。

5.3.5 试验数据处理

缩二脲的质量分数 w_2 按公式 (3) 计算：

$$w_2 = \frac{(m_3 - m_0) \times 10^{-3}}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- w_2 —— 缩二脲的质量分数，%；
- m_3 —— 与试料吸光度对应的由标准曲线或线性回归方程得出的缩二脲的质量，单位为毫克（mg）；
- m_0 —— 与空白吸光度对应的由标准曲线或线性回归方程得出的缩二脲的质量，单位为毫克（mg）；
- m_2 —— 试料的质量，单位为克（g）；
- 10^{-3} —— 将毫克换算成克的系数。

计算结果表示到小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

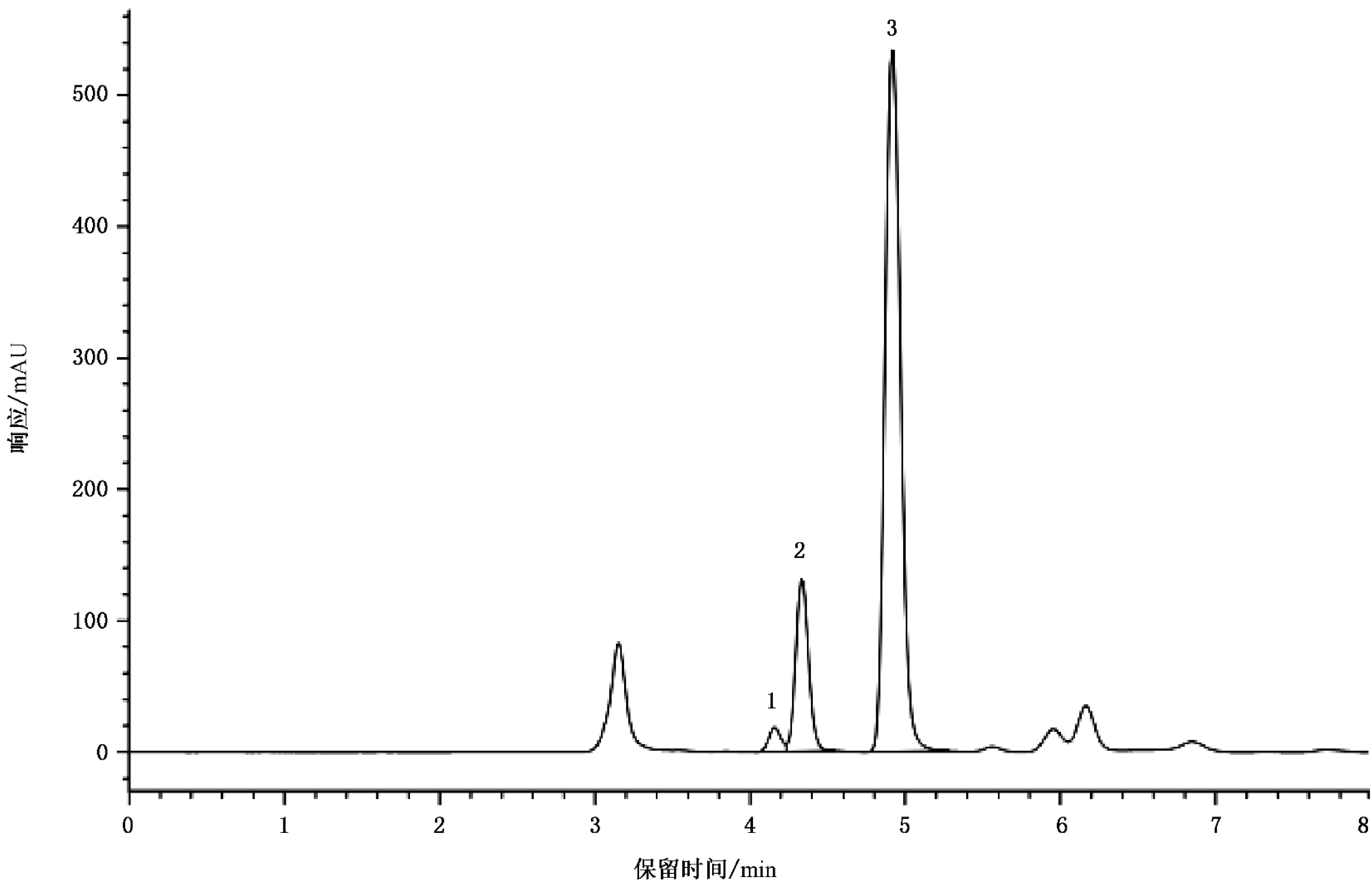
5.3.6 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%，以大于这两个测定值的算术平均值的 10% 的情况不超过 5%。



附录 A
(资料性)
典型复合肥料样品色谱图

典型复合肥料样品色谱图见图 A.1。



标引序号说明：
1——缩三脲；
2——缩二脲；
3——尿素。

图 A.1 典型复合肥料样品色谱图

附 录 B
(资 料 性)

从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据

复合肥料中缩二脲含量测定（高效液相色谱法）统计结果见表 B.1。

表 B.1 复合肥料中缩二脲含量测定（ 高效液相色谱法 ）统计结果

样品 编 号	A	B	C	D
参加实验室的数目	10	10	10	10
可接受结果的数目	10	10	10	10
平均值/%	1.50	0.19	0.65	0.39
重复性标准差 (s_r)	0.027 5	0.007 7	0.011 2	0.013 4
重复性限 (r) ($2.8\times s_r$)	0.076 9	0.021 7	0.031 3	0.037 6
再现性标准差 (s_R)	0.091 2	0.052 6	0.052 8	0.081 5
再现性限 (R) ($2.8\times s_R$)	0.255 3	0.147 2	0.147 8	0.228 1