

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB 37/T 3759—2019

肥料中三十烷醇的测定 气相色谱法

Determination of triacontanol in fertilizers by gas chromatography

2019 - 12 - 05 发布

2020 - 01 - 05 实施

山东省市场监督管理局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 方法提要 1

4 试剂和材料 1

5 仪器 1

6 分析步骤 2

 6.1 样品制备 2

 6.2 提取 2

 6.3 测定 2

 6.4 空白试验 3

 6.5 分析结果表述 3

 6.6 允许差 3

附 录 A （资料性附录） 三十烷醇基本信息 4

附 录 B （资料性附录） 标准物质气相色谱图 5

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省市场监督管理局提出并组织实施。

本标准由山东化工标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省产品质量检验研究院、金正大生态工程集团股份有限公司、莘县农业局植保站、山东省科学院生态所、山东农大肥业科技有限公司。

本标准主要起草人：孙文丹、张娟、王海燕、杨中锋、王东岳、刘爽、于军、齐云、赵丽芳、王景超、张开亮、郑树林、苏本玉、丁方军。

肥料中三十烷醇的测定 气相色谱法

警告：本标准有可能涉及到有害物质、危险操作和设备的安全。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，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三十烷醇的气相色谱检测方法。

本标准适用于水溶肥料、复混肥料、掺混肥料、配方肥料中三十烷醇的检测。

称样量为1.0 g时，方法中三十烷醇检出限为30 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实验方法

3 方法提要

试样中三十烷醇用三氯甲烷进行超声提取，在选定的工作条件下，用气相色谱仪（配有氢火焰离子检测器）进行测定，外标法定量。

4 试剂和材料

本标准中试验用水应符合GB/T 6682中一级用水的规格。

- 4.1 高纯氮。
- 4.2 高纯氢。
- 4.3 压缩空气。
- 4.4 三氯甲烷：色谱纯。
- 4.5 磷酸：分析纯。
- 4.6 三十烷醇标准品：已知质量分数， $\geq 98.0\%$ 。
- 4.7 三十烷醇标准溶液：称取 0.01 g（精确到 0.000 1 g）三十烷醇标准品，用三氯甲烷（4.4）定容至 10 mL 容量瓶，配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准溶液。现用现配。

5 仪器

- 5.1 气相色谱仪，配有氢火焰离子检测器（FID），色谱数据处理机或色谱工作站。
- 5.2 涡漩混合器。
- 5.3 高速离心机：最高转速不低于 6 000 r/min。

- 5.4 超声波清洗器。
- 5.5 金属试验筛：0.5 mm。
- 5.6 分析天平：精度 0.1 mg。
- 5.7 有机相微孔滤膜：0.45 μm 。

6 分析步骤

6.1 样品制备

固体样品：将样品粉碎，过0.5 mm试验筛，待用。

液体样品混匀后直接称取。

6.2 提取

6.2.1 液体样品：称取 0.5 g~1.0 g（精确至 0.000 1 g）样品至 30 mL 三氯甲烷中，并加入 5 mL 磷酸，超声、振荡萃取 30 min，静止 30 min，取出下层有机相，上层乳浊液继续用 30 mL 三氯甲烷萃取两次，合并有机相，旋蒸至近干，用三氯甲烷（4.4）定容至 10 mL，取 1 mL 过 0.45 μm 滤膜，待测。

6.2.2 固体样品：称取 0.5 g~1.0 g（精确至 0.000 1 g）样品于离心管中，加入 8 mL 三氯甲烷，超声 30 min，以 6 000 r/min 高速离心 10 min，放至室温后，定容至 10 mL，取 1 mL 上清液过 0.45 μm 有机相滤膜，待测。

6.3 测定

6.3.1 气相色谱操作条件

推荐的气相色谱条件如下：

- a) 色谱柱：30 m×0.32 mm (i. d.) 石英毛细管，内壁涂 HP-5（5%二苯基+95%二甲基聚硅氧烷），膜厚 0.25 μm ；
- b) 柱室温度（程序升温）：初始温度 180 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 min，以 15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 300 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 1 min；
- c) 气化室温度：280 $^{\circ}\text{C}$ ；
- d) 检测器温度：300 $^{\circ}\text{C}$ ；
- e) 气体流量（mL/min）：载气（ N_2 ）1.5、氢气 30、空气 300、补偿气（ N_2 ）25；
- f) 分流比：不分流；
- g) 进样量：1 μL 。

上述气相色谱操作条件，系典型操作参数。可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的三十烷醇标准物质气相色谱图见图B.1。

6.3.2 标准曲线的绘制

分别移取三十烷醇标准溶液（4.7）0.15 mL、0.25 mL、0.50 mL、0.75 mL和1.00 mL至10 mL容量瓶中，三氯甲烷（4.4）定容，配制成浓度分别为15 mg/L、25 mg/L、50 mg/L、75 mg/L、100 mg/L的标准工作溶液，按色谱条件（6.3.1）进行测定，以色谱峰峰面积为纵坐标，对应的溶液浓度为横坐标作图，绘制标准工作曲线。

6.3.3 试样测定

取适量待测液（6.2），按照色谱条件（6.3.1）进行测定，记录色谱峰的保留时间和峰面积，外标法定量，同时进行平行试验。三十烷醇含量高的试样可取适量试样溶液用三氯甲烷稀释后进行测定。

6.4 空白试验

除不称取试样外，均按上述步骤进行。

6.5 分析结果表述

试样中三十烷醇含量以质量分数X（%）表示，按式（1）计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times D}{1000 m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- c ——由标准曲线查得试样溶液中三十烷醇的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- c_0 ——由标准曲线查得空白溶液中三十烷醇的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- V ——样品的定容体积，单位为升（L）；
- D ——样品稀释倍数；
- m ——样品质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

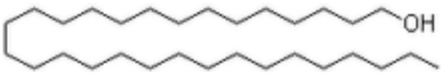
6.6 允许差

在重复性条件下获得的两次平行测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的10 %。

附 录 A
(资料性附录)
三十烷醇基本信息

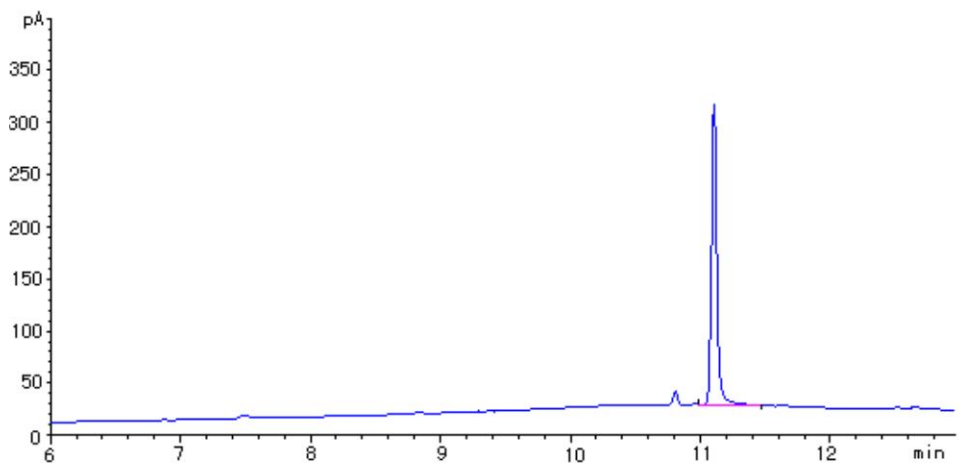
三十烷醇基本信息见表A. 1。

表A. 1 三十烷醇的化学名称、别名、英文名称、分子式、CAS 号、结构式、分子量

中文名称	三十烷醇	分子式	C ₃₀ H ₆₂ O
化学名称	正三十烷醇	结构式	
别名	1-羟基三十烷; 1-三十烷醇; 蜂花醇; 蜂花烷醇; 三十醇; 1-三十醇	CAS 号	593-50-0
英文名称	Triacontanol	分子量	438.81

附 录 B
(资料性附录)
标准物质气相色谱图

标准物质气相色谱图见图B. 1。



图B. 1 三十烷醇标准物质气相色谱图