

ICS 65.080

G 20

中华人民共和国国家质量监督
检验检疫总局备案号：52085-2016

DB53

云南省地方标准

DB53/T 762—2016

肥料中胺鲜酯的限量及检测

2016 - 09 - 10 发布

2016 - 12 - 01 实施

云南省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由云南省化工产品质量监督检验站提出。

本标准由云南省检验检测标准化技术委员会（YNTC17）归口。

本标准主要起草单位：云南省化工产品质量监督检验站。

本标准主要起草人：陈萌、姚莎、肖植特、谌芳、毛红祥、桂素萍。

肥料中胺鲜酯的限量及检测

1 范围

本标准规定了肥料中胺鲜酯的检测及限量值、试验方法、检验规则。
本标准适用于水溶肥料、复混（合）肥料、配方肥料等肥料中胺鲜酯的检测。

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 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 限量

肥料中胺鲜酯限量应符合表1规定。

表1

项 目	指 标
胺鲜酯含量, mg/kg	不得检出

4 试验方法

警示：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。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的规定。

4.1 鉴别试验

气相色谱法——本鉴别试验可与胺鲜酯含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液色谱峰的保留时间与标样溶液中胺鲜酯相对应的色谱峰保留时间，其相对差值应在5%以内。

胺鲜酯的其他名称、结构式和基本物化参数见附录A。

4.2 胺鲜酯含量的测定

4.2.1 方法提要

试样中的胺鲜酯用甲醇溶解后，以正十二醇为内标物，使用Hp- INNOWAX毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的胺鲜酯进行气相色谱分离，内标法定量。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 甲醇：色谱纯；

4.2.2.2 正十二醇：分析纯；

4.2.2.3 乙酸丁酯：分析纯；

4.2.2.4 胺鲜酯标样：已知含量，纯度 $\geq 98.0\%$ 。

4.2.3 仪器设备

4.2.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

4.2.3.2 色谱工作站；

4.2.3.3 色谱柱：Hp-INNOWAX, 0.25mm(id)×30m；

4.2.3.4 分析天平：0.1mg；

4.2.3.5 分析天平：0.01mg；

4.2.3.6 超声波清洗器。

4.2.4 气相色谱操作条件

4.2.4.1 载气（高纯氮）流量：1.2mL/min，分流比=50:1；

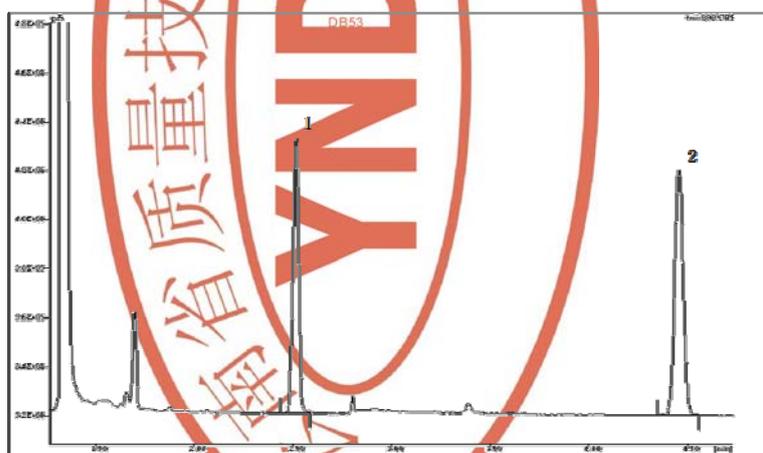
4.2.4.2 柱温：170℃，进样口温度：220℃，检测器（FTD）温度：240℃；

4.2.4.3 进样量：1.0 μ L；

4.2.4.4 保留时间：胺鲜酯约 2.5 min，正十二醇 4.8 min。

4.2.4.5 上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的胺鲜酯的气相色谱图见图 1。

图1 胺鲜酯与内标物气相色谱图



说明：

1——胺鲜酯；

2——正十二醇。

4.2.5 测定步骤

4.2.5.1 内标溶液的制备

称取正十二醇0.5g，置于1000 mL容量瓶中，加甲醇溶解，稀释至刻度，摇匀。

4.2.5.2 标样溶液的制备

称胺鲜酯标样约0.01g（精确至0.00001g），置于25 mL容量瓶中，用移液管加入10.00 mL内标溶液溶解，用甲醇定容至刻度，摇匀。

4.2.5.3 试样溶液的制备

称取5g（精确至0.0001g）试样，置于25 mL容量瓶中，用移液管加入内标溶液10.00 mL，超声5min，冷却至室温，用甲醇定容至刻度，静置5~10min。取上层清液2mL于10mL容量瓶中，加入4mL乙酸丁酯，摇匀，沉降1h，用0.45μm的微孔滤膜过滤。

提示：本标准应选用乙酸丁酯做沉淀剂，并应保证足够沉降时间。

4.2.5.4 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，用微量进样器连续注入1μl标样溶液3~5针，计算各针相对响应值的重复性，直至相邻两针的相对响应值变化小于1.2%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行分析。

4.2.5.5 计算

样品中胺鲜酯的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{r_2 \times m_1 \times P}{r_1 \times m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X——样品中胺鲜酯的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

r_1 ——标品溶液中，胺鲜酯与内标物峰面积比值的平均值；

r_2 ——试样溶液中，胺鲜酯与内标物峰面积比值的平均值；；

m_1 ——胺鲜酯标样的质量，单位为克（g）；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

P——胺鲜酯标样的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）。

数据修约按照GB/T 8170-2008规定执行，结果保留至小数点后一位。

4.2.6 允许差

平行测定结果的相对差应不大于10%。

5 检验规则

5.1 检验类别

本标准中胺鲜酯含量属于型式检验项目，在下列情况时，应进行测定：

- a) 正式生产时，原料、工艺及设备发生变化；
- b) 正式生产时，定期或累积到一定量后，应周期性进行一次检验；
- c) 国家质量监督机构提出型式检验的要求时。

5.2 组批

产品按批检验，以一天或两天的产量为一批，最大批量按相应产品标准规定执行。

5.3 采样方案

按相应产品标准规定的方法进行。

6 说明

本法给出的检出限为50mg/kg，当检测结果 \leq 50mg/kg时，结果表示为未检出。



附 录 A

(资料性附录)

胺鲜酯的其他名称、结构式和基本物化参数

ISO 通用名称：己酸二乙氨基乙醇酯

中文通用名称：胺鲜酯

其他名称：DA-6

英文名称:diethyl aminoethyl hexanoate

分子式：C₁₂H₂₅NO₂

相对分子量：215.33

CAS 编号：10369-83-2

理化性质：白色结晶，具有清淡的脂香味油腻感，易溶于水，可溶于乙醇、丙酮、氯仿等有机溶剂；常温下储存非常稳定，在中性和酸性条件下稳定，碱性条件下易分解。

结构式：

