

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3423—2019

## 肥料增效剂 3,4-二甲基吡唑磷酸盐 (DMPP)含量的测定

Fertilizer synergists—Determination of 3,4-dimethyl-pyrazole phosphate  
(DMPP) content

2019-01-17 发布

2019-09-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

本标准起草单位：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。

本标准主要起草人：保万魁、刘红芳、侯晓娜、林茵、韩岩松、黄均明。

# 肥料增效剂 3,4-二甲基吡唑磷酸盐(DMPP)含量的测定

## 1 范围

本标准规定了肥料增效剂 3,4-二甲基吡唑磷酸盐(DMPP)含量测定的高效液相色谱法试验方法。本标准适用于固体或液体 DMPP 及添加 DMPP 的固体或液体肥料。

## 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试验方法

NY/T 887 液体肥料 密度的测定

## 3 原理

试样中的 3,4-二甲基吡唑磷酸盐用水提取,经液相色谱分离后,用紫外检测器检测,外标法定量。

## 4 试剂和材料

除另有说明外,本标准中所用试剂为色谱纯,水符合 GB/T 6682 中一级水要求。

### 4.1 乙腈。

### 4.2 一水合磷酸二氢钠( $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ),分析纯。

### 4.3 3,4-二甲基吡唑磷酸盐标准品,纯度 $\geq 99.5\%$ ;在 $-20^\circ\text{C}$ 条件下储存。

### 4.4 3,4-二甲基吡唑磷酸盐标准溶液: $\rho(\text{DMPP})=1000\text{ mg/L}$ 。准确称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g) 3,4-二甲基吡唑磷酸盐标准品(4.3),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。现配现用。

## 5 仪器和设备

### 5.1 通常实验室仪器。

### 5.2 高效液相色谱仪:配紫外检测器。

### 5.3 恒温振荡器:温度可控制在 $(25\pm 5)^\circ\text{C}$ ,振荡频率可控制在 $(180\pm 20)\text{ r/min}$ 。

### 5.4 微孔滤膜: $0.45\ \mu\text{m}$ ,水系。

## 6 分析步骤

### 6.1 试样的制备

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;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。

### 6.2 试样溶液的制备

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,加约 200 mL 水,塞紧瓶塞,摇动容量瓶使试料分散,置于 $(25\pm 5)^\circ\text{C}$ 振荡器内,在 $(180\pm 20)\text{ r/min}$ 频率下振荡 30 min,取出,用水定容并摇匀,过微孔滤膜后待测。



6.3 仪器参考条件

- 色谱柱: C<sub>18</sub>, 5 μm, 150 mm×4.6 mm, 或相当者;
- 流动相: 将 1.38 g 一水合磷酸二氢钠(4.2)溶于 1 L 水中, 加入 175 mL 乙腈(4.1), 脱气;
- 流速: 1.5 mL/min;
- 柱温: 室温;
- 进样量: 10 μL;
- 检测波长: 224 nm。

6.4 标准曲线的绘制

分别吸取 DMPP 标准溶液 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检测, 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。标准溶液色谱图参见附录 A。

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。

6.5 试样溶液的测定

将试样溶液或经稀释一定倍数后在与测定标准系列溶液相同的条件下测定, 在标准曲线上查出相应的质量浓度(mg/L)。

7 分析结果的表述

3,4-二甲基吡唑磷酸盐(DMPP)含量以质量分数 ω 计, 数值以百分率表示, 按式(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 3,4-二甲基吡唑磷酸盐的质量浓度, 单位为毫克每升(mg/L);
- V ——试样溶液总体积, 单位为毫升(mL);
- D ——测定时试样溶液的稀释倍数;
- 10<sup>-3</sup> ——将毫升换算成升的系数, 以升每毫升(L/mL)表示;
- m ——试料的质量, 单位为克(g);
- 10<sup>3</sup> ——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, 最多不超过 3 位有效数字。

8 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

3,4-二甲基吡唑磷酸盐质量分数(ω), %	平行测定结果的绝对差值, %	不同实验室结果的绝对差值, %
ω < 1.00	≤ 0.20	≤ 0.40
1.00 ≤ ω < 10.0	≤ 0.50	≤ 1.00
10.0 ≤ ω < 50.0	≤ 1.0	≤ 2.0
ω ≥ 50.0	≤ 2.0	≤ 3.0

9 质量浓度的换算

液体试样 3,4-二甲基吡唑磷酸盐(DMPP)含量以质量浓度 ρ<sub>1</sub> 计, 单位为克每升(g/L), 按式(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；

$\omega$  ——试样中 3,4-二甲基吡唑磷酸盐的质量分数；

$\rho$  ——液体试样的密度，单位为克每毫升(g/mL)。

结果保留到小数点后 1 位，最多不超过 3 位有效数字。

液体试样密度的测定按 NY/T 887 的规定执行。

附录 A

(资料性附录)

3,4-二甲基吡唑磷酸盐标准品色谱图

浓度为 50 mg/L 的标准品色谱图见图 A.1。

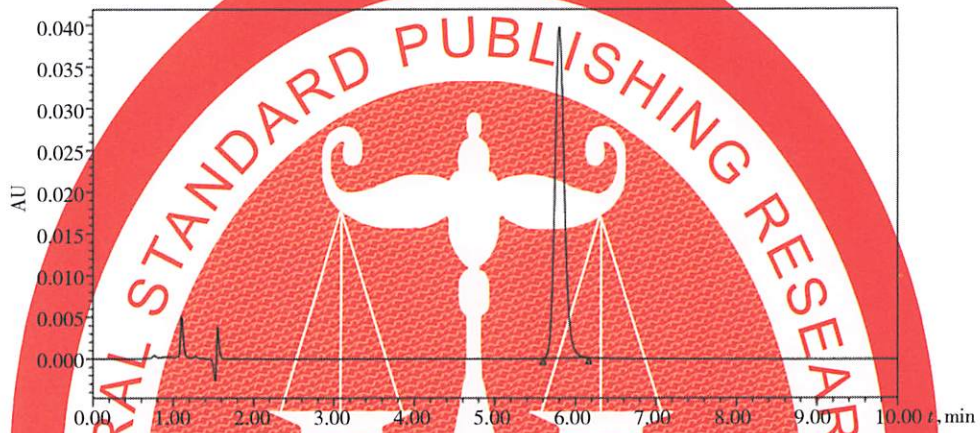


图 A.1 50 mg/L 3,4-二甲基吡唑磷酸盐标准品色谱图

中华人民共和国  
农业行业标准  
肥料增效剂 3,4-二甲基吡唑磷酸盐  
(DMPP)含量的测定

NY/T 3423—2019

\* \* \*

中国农业出版社出版  
(北京市朝阳区麦子店街18号楼)  
(邮政编码:100125 网址:www.ccap.com.cn)

北京印刷一厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

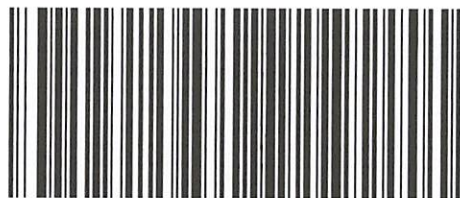
\* \* \*

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

2019年5月第1版 2019年5月北京第1次印刷

书号: 16109·4779

定价: 18.00 元



NY/T 3423—2019

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 59194261