化学肥料中双氰胺的分析实例

双氰胺对于有机氮和氨型氮的硝化具有抑制作用，因此可以将 0.1%到百分之几浓度的双氰胺添加到化肥中，用于防止硝酸盐等有害肥料副产品释放到环境中。
HPLC 可以作为肥料中双氰胺检测的方法，使用以硅胶为基质键合了氨基或氨基甲酰的色谱分析柱来进行分析。
本文介绍的是在 2009 年开发的用于肥料中双氰胺检测的方法。样品制备完全按照测试方法的要求，校正曲线在 1-50mg/ml 范围内呈线性。化肥中双氰胺的含量约为 0.1%，相对标准差为 0.6%。

表 1. 测试条件

色谱柱：	TSKgel NH2-100 3μm (4.6 mmI.D. x 15 cm)
流动相：	乙腈/甲醇=6/1
流速：	1.0 mL/min
检测：	UV (215nm)
柱温：	40 °C
上样量：	10 μL

称取 1g 化肥，添加 100ml 甲醇，震荡 10 分钟。
↓
静置后将澄清液经 0.45um 膜过滤后，上样分析。

图 1. 化肥前处理的方法

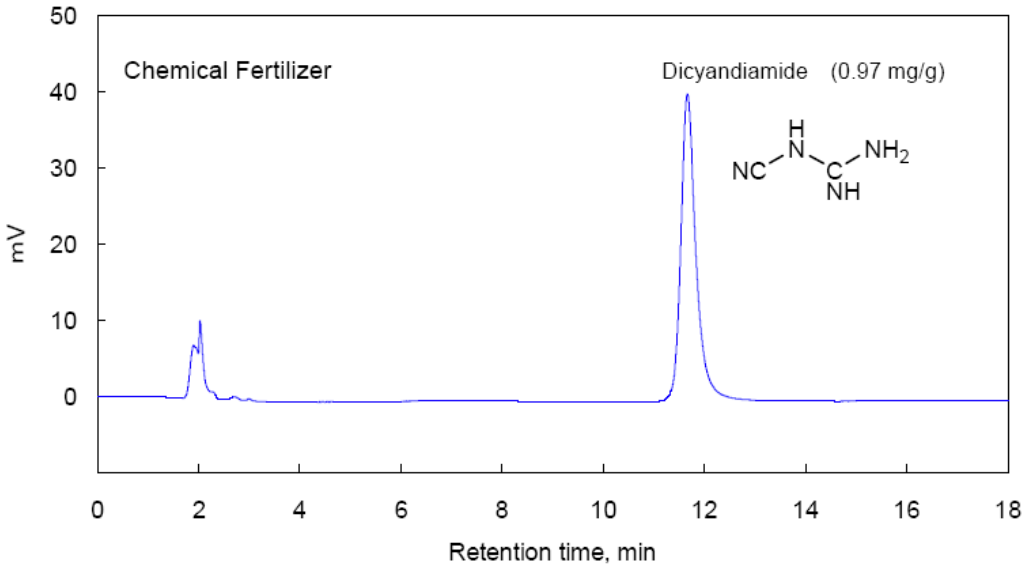


图 2. 化肥分析的色谱图

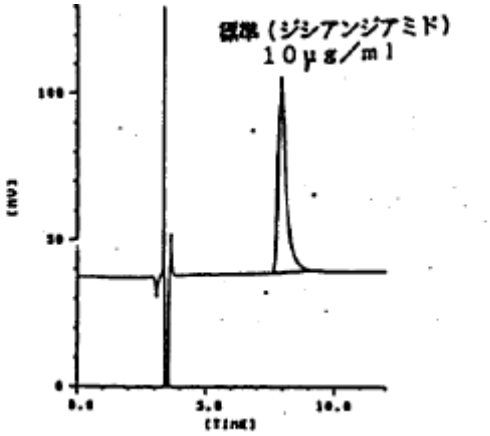
肥料中双氰胺（Dicyandiamide）的分析

TSKgel Amide-80 色谱柱使用乙腈/甲醇作为流动相可以有效地对肥料中的双氰胺进行分析。

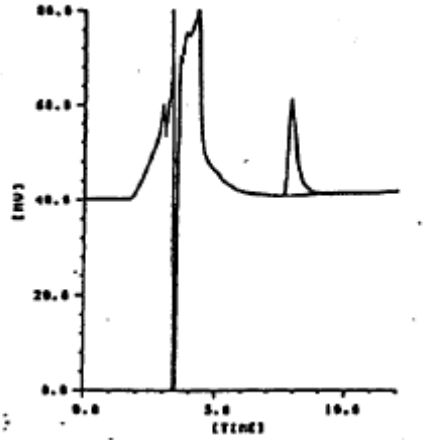
下图一为乙腈/甲醇=6/1 时，分析双氰胺标准品时的谱图。流动相中甲醇的比例升高时，样品峰出峰较快，反之，则出峰较晚。
下图二为含有双氰胺的肥料的分析谱图。样品的配制方法如下：

① 称取 0.1g 样品，加入 20ml 的样品瓶中。
② 向上述样品瓶中加入 10ml 甲醇，激烈震荡 10 分钟后静置。
③ 将澄清液经 0.45um 膜过滤后，滤液用流动相稀释 100 倍后，进样。

图一：双氰胺标准品（10ug/ml）



图二：含有双氰胺的肥料的分析谱图



测定条件：
色谱柱：TSKgel Amide-80 (4.6mmID*250mm)
流动相：乙腈/甲醇=6/1
流速：1.0ml/min
温度：40℃
上样量：20ul
检测：UV（215nm）