

**《肥料中正丁基硫代磷酰三胺和双氰胺的同时测定-高效液相色谱
法》国家标准制订编制说明
(征求意见稿)**

一、工作简况

1 任务来源

《肥料中正丁基硫代磷酰三胺和双氰胺的同时测定 高效液相色谱法》国家标准制定计划由国家标准化管理委员会于2023年12月28日以国标委发[2023]63号文“国家标准化管理委员会关于下达2023年第四批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知”下达，计划编号为20232103-T-606。由上海化工院检测有限公司、上海化工研究院有限公司、四川省化工质量安全检测研究院、贵州省产品质量检验检测院、河南心连心化肥检测有限公司等单位共同起草，由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会（TC105）归口。本标准为首次制定。

2 标准研究背景

肥料主要被用于提供植物养分，是农业生产的物质基础和粮食安全的重要保障。氮在作物必需大量元素中居首位，是蛋白质、核酸等生命物质的重要组分，氮素肥料在全球肥料生产和使用中长期居于重要位置。我国是世界最大肥料生产和消费国，过量或不合理施用肥料等带来的资源环境问题逐渐成为影响农业生产的制约因素。提质增效成为新时代肥料行业发展的使命和方向，当前主要创新趋势包括研发更匹配农作物生长模式、利用率高的新型增效肥料品种等。

稳定性肥料是一类添加了脲酶抑制剂和/或硝化抑制剂等增效助剂从而使肥效得到延长的含氮肥料，近期受到国际广泛关注。美国植物营养管理协会（AAPFCO）批准登记了多种脲酶抑制剂（正丁基硫代磷酰三胺 NBTP 等）和硝化抑制剂（双氰胺 DCD 等）。欧盟新修订的肥料法规（EU Fertilising Products Regulation (FPR) (EU) 2019/1009）要求将抑制剂类物质单独列管。我国国家和行业标准 GB/T 35113《稳定性肥料》、NY/T 2543《肥料增效剂效果试验和评价要求》等相继颁布实施，根据所含增效助剂的种类将稳定性肥料分为三型。国际上现有标准法规多着眼于氮肥增效助剂的效果评价，采用尿素残留差异率和硝化抑制率等作为评价指标，而对其含量检测方法规定尚不健全。世界各国针对部分增

效助剂开发了诸如分光光度法、液相色谱法等分析手段，欧盟和我国也据此建立了部分分析方法标准，但目前覆盖的种类有限，且对不同肥料基质的适用性未达成国际共识，特别是没有能够针对肥料中脲酶抑制剂（如正丁基硫代磷酰三胺）和硝化抑制剂（如双氰胺）同时测定的标准方法。

为对新型肥料的有效管控，解决上述现有肥料中氮肥增效助剂测定方法存在的问题，需要建立与上述现有效果评价体系配套的分析方法标准。目前国际标准化组织 ISO/TC 134 “肥料、土壤调理剂和有益物质” 标准化技术委员会已将建立氮肥增效助剂国际标准体列入工作战略，世界多国也相继出台了相关标准研发计划，国际竞争日趋激烈。从 2021 年开始，我国与美国合作主导开展了 ISO DIS 6650《肥料中正丁基硫代磷酰三胺和双氰胺的同时测定-高效液相色谱法》国际标准制定研究。以上述工作为基础建立相关我国国家标准，可以有效填补针对肥料中脲酶抑制剂和硝化抑制剂同时测定领域我国国家标准与规范的缺失，有望形成一种方便快捷、适用性广且精密度高的氮肥增效助剂检测方法，形成对氮素肥料中增效助剂有效的辨识和控制体系。

3 主要工作过程

《肥料中正丁基硫代磷酰三胺和双氰胺的同时测定 高效液相色谱法》国家标准的制定计划下达后，上海化工院检测有限公司筹建标准起草小组，起草小组由上海化工院检测有限公司、上海化工研究院有限公司、国家化肥产品质量检验检测中心（上海）等单位共同组成。

本文件的主要制定过程如下：

2024 年 1 月~4 月，标准起草小组开展了市场调研、资料查阅等工作，查阅收集相关国际标准、国家标准、行业标准。

2024 年 5 月~9 月，标准起草小组将 ISO 6650:2023《肥料、有益物质和土壤调理剂 肥料中正丁基硫代磷酰三胺（NBPT）和双氰胺（DCD）的同时测定 高效液相色谱法》逐条翻译为中文，并在此基础上，完成了本文件的征求意见稿和编制说明的编写。

二、标准编制原则、主要内容及其确定依据

本文件根据 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。

本文件等同采用 ISO 6650:2023《肥料、有益物质和土壤调理剂 肥料中正丁基硫代磷酰三胺（NBPT）和双氰胺（DCD）的同时测定 高效液相色谱法》国际标准。

本文件规定了肥料中正丁基硫代磷酰三胺（N-buthylthiophosphorus Triamide, NBPT）和双氰胺（Dicyandiamide, DCD）同时测定的高效液相色谱法。本文件适用于含正丁基硫代磷酰三胺（作为脲酶抑制剂）和/或双氰胺（作为硝化抑制剂）的增效肥料、稳定性肥料以及添加了上述两种化学物质的其他含氮肥料（包括含氮的二元或三元肥料和单质氮肥）中正丁基硫代磷酰三胺和双氰胺的同时测定。

三、主要试验（或验证）的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

本文件等同采用 ISO 6650:2023《肥料、有益物质和土壤调理剂 肥料中正丁基硫代磷酰三胺（NBPT）和双氰胺（DCD）的同时测定 高效液相色谱法》国际标准。在 ISO 6650:2023 国际标准制订过程中，通过实验室针对包括尿素、含尿基肥料的复混肥料、尿素硝铵溶液（UAN）等五种肥料样品的测定，确定了基于高效液相色谱法（HPLC）技术路线，采用纯水作为溶剂和流动相，超声提取待测化合物；采用 C18 反相液相色谱柱进行有效分离；采用光电二极管阵列检测器在正丁基硫代磷酰三胺（NBPT，205nm）和双氰胺（DCD，214nm）两种化合物各自的特征波长下对两者同时进行测定的方法路线。采用该标准方法对肥料样品中正丁基硫代磷酰三胺和双氰胺测定的典型液相色谱图以及测定结果分别展示如下：

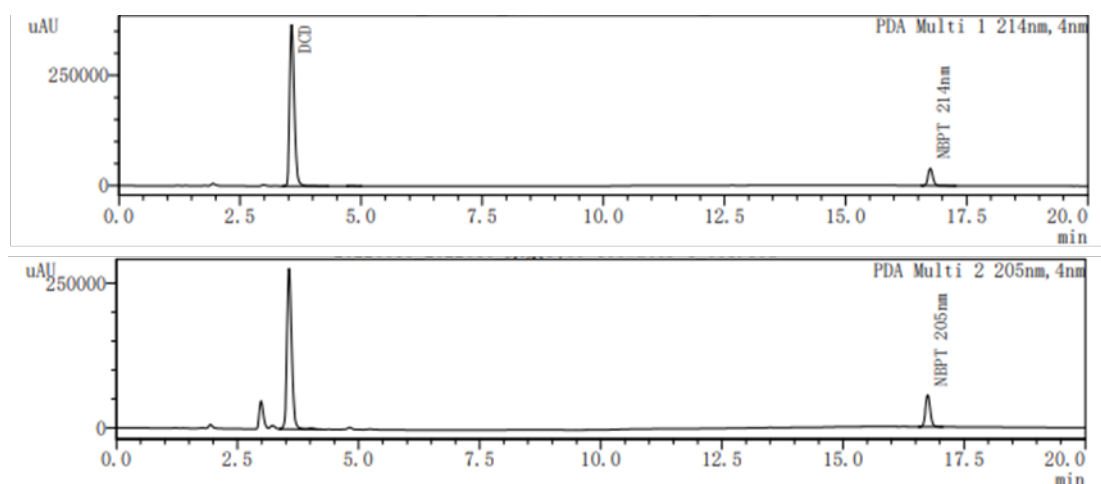


图 1 尿基肥料中正丁基硫代磷酰三胺和双氰胺的典型液相色谱图

表 1 不同肥料样品中正丁基硫代磷酰三胺（NBPT）测定的结果

样品种类	NBPT含量测定值(%)			NBPT含量 平均值(%)	NBPT测定 回收率(%)	NBPT测定 RSD(%)	提取溶剂
	1#	2#	3#				
1 尿素	0.21	0.22	0.23	0.22	106.4	3.25	100%纯水
2 尿素	1.77	1.74	1.73	1.75	91.1	1.03	100%纯水
3 复混肥料	3.85	3.46	3.57	3.63	82.1	5.51	100%纯水
4 尿素硝酸铵溶液	0.20	0.20	0.20	0.20	95.2	0.00	100%纯水
5 尿素硝酸铵溶液	0.95	0.95	1.05	0.98	100.0	5.87	100%纯水

表 2 不同肥料样品中双氰胺（DCD）测定的结果

样品种类	DCD含量测定值(%)			DCD含量平 均值(%)	DCD测定回 收率(%)	DCD测定 RSD(%)	提取溶剂
	1#	2#	3#				
1 尿素	0.19	0.20	0.20	0.20	97.7	1.47	100%纯水
2 尿素	1.86	2.01	2.17	2.01	104.7	7.77	100%纯水
3 复混肥料	4.32	4.71	5.57	4.87	106.9	13.19	100%纯水
4 尿素硝酸铵溶液	0.23	0.23	0.23	0.23	104.5	0.00	100%纯水
5 尿素硝酸铵溶液	1.08	1.10	1.20	1.13	107.6	5.71	100%纯水

经统计分析，本标准方法对正丁基硫代磷酰三胺的方法检出限为 6.92 mg/kg，对双氰胺的方法检出限为 0.91 mg/kg。

为获得 ISO 6650 中检测方法的精密度数据，ISO/TC 134 于 2022 年 12 月至 2023 年 3 月组织了实验室间比对。18 家实验室参与了比对研究，采用液相色谱法共测定了 4 种不同代表性肥料样品中正丁基硫代磷酰三胺和双氰胺的含量。根据本次实验室间比对研究所得的各种肥料样品中正丁基硫代磷酰三胺和双氰胺含量测定的重复性标准差（ s_r ）与再现性标准差（ s_R ）详见表 3。

表 3 由实验室间比对求得的重复性限 (s_r) 与再现性限 (s_R)

样品种类	NBPT含量平均值 (%)	DCD含量平均值 (%)	s_r (NBPT, %)	s_R (NBPT, %)	s_r (DCD, %)	s_R (DCD, %)
A	0.938	1.009	0.0236	0.0673	0.0231	0.0665
B	4.263	4.558	0.1110	0.2204	0.1060	0.2596
C	1.303	1.914	0.0208	0.0651	0.0324	0.0792
D	0.179	0.201	0.0056	0.0202	0.0017	0.0050

DCD 含量测定方法的精密度结果如下：

—重复性标准差： $s_r = 0.0238w - 0.0049$ （质量分数 %）。

—再现性标准差： $s_R = 0.0572w - 0.0074$ （质量分数 %）。

NBPT 含量测定方法的精密度结果如下：

—重复性标准差： $s_r = 0.0264w - 0.0039$ （质量分数 %）。

—再现性标准差 $s_R = 0.0487w + 0.012$ （质量分数 %）。

ISO 6650:2023 国际标准由我国主导制定,于 2023 年发布。标准发布实施后,各国标准化部门积极采标应用,已有多国将其转化成为国家标准。将国际标准转化为我国国家标准将提高我国标准的先进性,争取与国际标准协调一致,在很大程度上将提高肥料分析检测的技术水平,带动全球肥料产业的发展,同时将促进我国肥料出口贸易的增长,带动我国肥料产业的国际化,使中国肥料制造业在“一带一路”国家战略中扬帆出海。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

目前国际上针对稳定性肥料的法规和标准受关注程度日渐提升,各国现有标准法规多着眼于氮肥增效助剂的效果评价,采用尿素残留差异率和硝化抑制率等作为评价指标,而对其含量检测方法规定尚不健全。欧盟新修订的肥料法规 (EU Fertilising Products Regulation (FPR) (EU) 2019/1009) 要求将抑制剂类物质单独列管。我国国家和行业标准 GB/T 35113《稳定性肥料》、NY/T 2543《肥料增效剂效果试验和评价要求》等相继颁布实施,根据所含增效助剂的种类将稳定性肥料分为三型。

各国针对部分肥料增效助剂的检测开发了如分光光度法 (Fert. Res., 1992,

33(1), 93)、液相色谱法 (Sci. Total. Environ., 2018, 624, 1180) 等分析手段。欧盟和我国也据此建立了部分分析方法标准, 如欧盟 EN 15360-2007《肥料中双氰胺 (DCD) 测定-高效液相色谱法》、EN 15688-2008《肥料中脲酶抑制剂正丁基硫代磷酰三胺 (NBPT) 测定-高效液相色谱法》、我国农业行业标准 NY/T 2877-2015《肥料增效剂 双氰胺含量的测定》、NY/T 2028-2016《肥料增效剂 正丁基硫代磷酰三胺 (NBPT) 和正丙基硫代磷酰三胺 (NPPT) 含量的测定》等, 但覆盖的种类有限, 且对不同肥料基质的适用性未达成国际共识, 特别是没有能够针对肥料中脲酶抑制剂 (如正丁基硫代磷酰三胺) 和硝化抑制剂 (如双氰胺) 同时测定的标准方法。

为对新型肥料的有效管控, 亟需建立与现有效果评价体系配套的分析方法标准, 目前 ISO/TC 134 委员会各成员国相继出台了相关标准研发计划, 国际竞争日趋激烈。从 2021 年开始, 我国与美国合作在 ISO/TC 134 框架下开展了 ISO 6650 *Simultaneous Determination of N-buthylthiophosphorus Triamide (NBPT) and Dicyandiamide (DCD) by High-performance Liquid Chromatography (HPLC)* (肥料中正丁基硫代磷酰三胺和双氰胺的同时测定-高效液相色谱法) 国际标准制定研究, 该方法具有方便快捷、适用范围广、精密度高的优势, 目前在上述领域处于全球领跑位置。

ISO 6650: 2023《肥料、有益物质和土壤调理剂 肥料中正丁基硫代磷酰三胺 (NBPT) 和双氰胺 (DCD) 的同时测定 高效液相色谱法》国际标准基于高效液相色谱法 (HPLC) 技术路线, 采用纯水作为溶剂和流动相, 超声提取待测化合物; 采用 C18 反相液相色谱柱进行有效分离; 采用光电二极管阵列检测器能够在正丁基硫代磷酰三胺和双氰胺两种化合物各自的特征波长下同时进行测定, 兼顾便捷、准确的可操作性, 具有方便快捷、适用范围广、精密度高的优势。

五、以国际标准为基础的起草情况, 以及是否合规引用或者采用国际国外标准

本文件等同采用 ISO 6650:2023《肥料、有益物质和土壤调理剂 肥料中正丁基硫代磷酰三胺 (NBPT) 和双氰胺 (DCD) 的同时测定 高效液相色谱法》国际标准。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

与有关的现行法律、法规和强制性国家标准无冲突。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

八、涉及专利的有关说明

无。

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施 日期的建议等措施建议

本文件为推荐性的检测方法标准，建议发布后 6 个月实施。标委会和负责起草单位将以组织质检人员培训班、行业论坛/会议等场合线上线下相结合的宣贯方式组织宣贯。

十、其他应予说明的事项

无。

标准起草小组

2024 年 10 月