

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5514~5516—2019

含腐植酸磷酸一铵、磷酸二铵，
含海藻酸磷酸一铵、磷酸二铵
以及含硫酸脲复合肥料
(2019)

2019-08-02 发布

2020-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5514—2019 含腐植酸磷酸一铵、磷酸二铵	(1)
HG/T 5515—2019 含海藻酸磷酸一铵、磷酸二铵	(15)
HG/T 5516—2019 含硫酸脲复合肥料	(29)

中国石化

ICS 65.080
G 21

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5516—2019

含硫酸脲复合肥料

Compound fertilizer containing urea sulfate

2019-08-02 发布

2020-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会磷复肥分技术委员会（SAC/TC105/SC3）归口。

本标准起草单位：上海化工研究院有限公司、河南兴发昊利达肥业有限公司、临沂市产品质量监督检验所、山东师范大学、济宁市产品质量监督检验所、上海化工院检测有限公司。

本标准主要起草人：季敏、商建朝、窦兴霞、黄河清、吕乐福、张金娥、黄波、崔月梅、杨旭、魏常星。

中国石化

含硫酸脲复合肥料

1 范围

本标准规定了含硫酸脲复合肥料的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于由尿素、液氨、硫酸、磷酸一铵、硫酸钾或氯化钾等在一定条件下经化学反应制得的具有氮素缓释效果的含硫酸脲复合肥料。

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 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 8569 固体化学肥料包装
- GB/T 8572 复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法
- GB/T 8573 复混肥料中有效磷含量的测定
- GB/T 8574 复混肥料中钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法
- GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法
- GB/T 8577 复混肥料中游离水含量的测定 卡尔·费休法
- GB/T 15063—2009 复混肥料（复合肥料）
- GB 18382 肥料标识 内容和要求
- GB/T 18877—2009 有机-无机复混肥料
- GB/T 19203—2003 复混肥料中钙、镁、硫含量的测定
- GB/T 22923 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法
- GB/T 22924 复混肥料（复合肥料）中缩二脲含量的测定
- GB/T 24890 复混肥料中氯离子含量的测定
- GB/T 24891 复混肥料粒度的测定
- HG/T 2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液
- HG/T 4215—2011 控释肥料

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

含硫酸脲复合肥料 compound fertilizer containing urea sulfate

由尿素、液氨、硫酸、磷酸一铵、硫酸钾或氯化钾等在一定条件下经化学反应制得的具有氮素缓释效果的化学肥料。

3.2

氨挥发氮占总氮的百分率 the percentage of ammonia volatilization nitrogen to total nitrogen

通过向含硫酸脲复合肥料中添加尿素酶（大豆酵素）直接测定铵态氮增加量或间接测定尿素态氮损失量占总氮的百分比。

4 要求

4.1 外观：颗粒状产品，无可见机械杂质。

4.2 含硫酸脲复合肥料产品应符合表1的要求，同时应符合包装标明值的要求。

表1 含硫酸脲复合肥料的要求

项 目	指 标	
	高浓度	中浓度
总养分 ($N+P_2O_5+K_2O$) 的质量分数 ^a /%	≥	40.0 30.0
水溶性磷占有效磷的百分率/%	≥	60 50
硫 (S) 的质量分数/%	≥	5.0 4.0
水 (H_2O) 的质量分数 ^b /%	≤	2.0 2.5
氨挥发氮占总氮的百分率/%	≤	20
酰胺态氮占总氮的百分率/%	≥	60
粒度 (1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm) /%	≥	90
pH 值		5.0~6.5
缩二脲的质量分数/%	≤	0.5
氯离子的质量分数/%	未标“含氯”的产品	≤ 3.0
	标识“含氯(低氯)”的产品	≤ 15.0
	标识“含氯(中氯)”的产品	≤ 30.0

^a 产品单一养分含量不得低于4.0%，且单一养分测定值与标明值负偏差的绝对值不应大于1.5%。
^b 水 (H_2O) 的质量分数以生产企业的出厂检验数据为准。

5 试验方法

5.1 一般规定

本标准中所用试剂、水和溶液的配制，在未注明规格和配制方法时，均按 HG/T 2843 的规定。

5.2 外观

目视法测定。

5.3 总氮

按 GB/T 8572 或 GB/T 22923 进行测定，以 GB/T 8572 中的方法为仲裁法。

5.4 水溶性磷和有效磷含量的测定及水溶性磷占有效磷的百分率的计算

按 GB/T 8573 或 GB/T 22923 进行测定，以 GB/T 8573 中的方法为仲裁法。

5.5 钮

按 GB/T 8574 或 GB/T 22923 进行测定，以 GB/T 8574 中的方法为仲裁法。

5.6 硫

按 GB/T 19203—2003 中 3.5 进行测定。

5.7 水分

按 GB/T 8577 或 GB/T 8576 进行测定，以 GB/T 8577 中的方法为仲裁法。

5.8 氨挥发氯占总氯的百分率

按附录 A 中的方法或附录 B 中的方法进行，以附录 A 中的方法为仲裁法。

5.9 酰胺态氮含量的测定及酰胺态氮占总氮的百分率的计算

酰胺态氯含量按 HG/T 4215—2011 的附录 B 测定。

酰胺态氮占总氮的百分率 w_1 ，数值以%表示，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{w_2}{N} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

武中

w_2 —酰胺态氮含量，以%表示；

N —按 5.3 测得的总氮含量, 以%表示。

5.10 粒度

按 GB/T 24891 进行测定。

5.11 pH 值

按 GB/T 18877—2009 中 5.9 进行测定。

5.12 缩二脲

按 GB/T 22924 进行测定，以液相色谱法为仲裁法。

5.13 氮离子

按 GB/T 24890 进行测定。

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验。第4章中除缩二脲、氯离子外均为出厂检验项目，型式检验包括第4章的全部项目。

型式检验在下列情况下进行：

- 新产品设计定型鉴定及批试生产定型鉴定；
 - 正式生产后，如结构、材料、工艺有较大改变，可能影响产品质量指标时；
 - 正常生产时，按周期进行型式检验，每6个月至少检验一次；
 - 产品长期停产后，恢复生产时；
 - 产品质量监督机构提出型式检验要求时。

6.2 組批

产品按批检验，出厂检验以一次加工处理的产品为一批，最大批量为1000t。

6.3 采样方案

6.3.1 袋装产品

不超过 512 袋时，按表 2 确定最少采样袋数；超过 512 袋时，按公式（2）计算结果确定最少采样袋数，计算结果如遇小数则进位为整数。

$$n = 3 \sqrt[3]{N} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中：

n—最少采样袋数；

N —每批产品总袋数。

按表 2 或公式 (2) 计算结果, 随机抽取一定袋数。用采样器从每袋最长对角线插入至袋的 $3/4$ 处, 取出不少于 100 g 样品, 每批采取总样品量不得少于 2 kg。

表 2 最少采样袋数的确定

总袋数	最少采样袋数	总袋数	最少采样袋数
1~10	全部袋数	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

6.3.2 散装产品

按 GB/T 6679 的规定进行。

6.4 样品缩分和试样制备

6.4.1 样品缩分

样品缩分与保存按 GB/T 15063—2009 中 6.4 进行，样品保存期限为 2 个月。

6.4.2 试样制备

由 6.4.1 中所取一瓶 500 g 缩分样品, 经多次混合缩分后取出约 100 g, 迅速研磨至全部通过

0.50 mm 孔径筛，混合均匀，置于洁净、干燥的瓶中，做质量分析。

6.5 结果判定

6.5.1 本标准中产品质量指标合格判定，采用 GB/T 8170 中“修约值比较法”。

6.5.2 生产企业在出厂检验时，如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求，应重新自 2 倍量的包装袋中采取样品进行检验，重新检验结果中即使有一项指标不符合本标准要求，则整批产品为不合格。

6.5.3 型式检验项目中任何一项不符合要求，整批产品为不合格。

6.5.4 每批经检验合格的出厂产品应附有质量证明书，其内容包括：生产企业名称及地址、产品名称、批号或生产日期、养分含量、氨挥发氮占总氮的百分率、酰胺态氮占总氮的百分率、水溶性磷占有效磷的百分率、硫的质量分数、水的质量分数、氯离子的质量分数、缩二脲的质量分数、粒度、本标准号和 GB/T 15063。

7 标识

7.1 氯离子的质量分数大于 3% 的产品，应根据 4.2 的“氯离子的质量分数”，用汉字明确标注“含氯（低氯）”或“含氯（中氯）”，而不是标注“氯”、“含 Cl”或“Cl”等。标明“含氯”的产品，包装容器上不应有忌氯作物的图片，也不应有“硫酸钾（型）”“硫基”等容易导致用户误认为产品不含氯的标识。

7.2 产品包装袋上应印有牢固、明显的标志，并注明本标准编号和 GB/T 15063，包装袋应标明粒径范围。

7.3 产品的外包装袋上应有使用说明，内容包括：警示语（如“氯含量较高、含缩二脲，使用不当会对作物造成伤害”“含缩二脲，使用不当会对作物造成伤害”等）、使用方法、适宜作物及不适宜作物、建议施用量等。

7.4 每袋净含量应标明单一数值，如 50 kg。

7.5 其余应符合 GB 18382。

8 包装、运输和贮存

8.1 50 kg、40 kg、25 kg、10 kg、5 kg 规格的产品包装材料应按 GB/T 8569 中对复混肥料产品的规定进行，1 000 g、500 g、250 g 和 100 g 规格的产品可用袋装或袋子外面加纸盒包装，允许的短缺量为净含量的 1%，平均每袋（盒）净含量分别不低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、10.0 kg、5.0 kg、1 000 g、500 g、250 g 和 100 g。

8.2 在标明的每袋净含量范围内的产品中有添加物时，必须与原物料混合均匀，不得以小包装形式放入包装袋中。

8.3 宜使用经济实用型包装。

8.4 产品应贮存于阴凉、干燥处，在运输过程中应防潮、防晒、防破损。

附录 A
(规范性附录)
氨挥发氮占总氮的百分率
尿素酶水解-分光光度法

A.1 方法提要

肥料中的酰胺态氮在尿素酶的作用下水解为铵态氮，尿素态氮浓度降低，试液中的尿素态氮与对二甲氨基苯甲醛发生定量反应，用分光光度法在波长 430 nm 处测定吸光度，计算出尿素态氮的含量。测定溶液中尿素态氮浓度变化，从而得到氨挥发氮含量，计算得到氨挥发氮占总氮的百分率。

A.2 试剂和材料

A.2.1 尿素酶溶液：称取 0.500 g 尿素酶，加入 10 mL 水，用研钵研磨至糊状，全部转移至 500 mL 容量瓶中，摇匀，储存于 4 ℃ 冰箱中，备用。

A.2.2 尿素标准溶液：准确称取 1.0719 g 尿素国家标准样品，溶于 1 L 容量瓶中，此溶液尿素态氮浓度为 0.5 mg/mL。

A.2.3 对二甲氨基苯甲醛溶液：称取 20 g 对二甲氨基苯甲醛，加入 1 000 mL 95% 乙醇，溶解后，加入 100 mL 浓盐酸混合，储存于棕色瓶中，避光保存。

A.3 仪器

A.3.1 一般实验室仪器。

A.3.2 分光光度计。

A.3.3 恒温箱：可控温度 (40±1) ℃。

A.4 分析步骤

A.4.1 试样的制备

用研钵将样品研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛，混合均匀，置于洁净、干燥的容器中。

A.4.2 试样溶液的制备

称取约 1 g (精确至 0.000 1 g) 试样于烧杯中，加入 100 mL 水溶解试样，全部转移至 500 mL 容量瓶中，定容，摇匀，静置 2 h 后，备用。

A.4.3 测定

A.4.3.1 标准曲线的绘制

按表 A.1 所示，将尿素标准溶液依次分别注入 6 个 100 mL 容量瓶中。

表 A. 1 尿素标准溶液加入量

尿素标准溶液的体积/mL	0	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00
对应的尿素态氮的浓度/(mg/mL)	0	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05

将每个容量瓶用水稀释至约 50 mL, 轻轻摇动, 分别加入 20.0 mL 对二甲氨基苯甲醛溶液, 用水稀释至刻度, 充分摇匀后静置 10 min。以尿素态氮含量为零的溶液为参比溶液, 用 1 cm 比色皿, 在波长 430 nm 处比色, 测定吸光度。以标准比色溶液中的尿素态氮的浓度 (mg/mL) 为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标, 绘制标准曲线, 并做出线性回归方程。每次测定均需制作标准曲线。

A. 4.3.2 试样测定

吸取 5 mL 试样溶液的上清液于 100 mL 容量瓶中, 加入 2 mL 尿素酶溶液, 摆匀, 随后在 (25±1) °C 恒温箱中培养 20 min。培养结束后, 将每个容量瓶用水稀释至约 50 mL, 轻轻摇动, 分别加入 20.0 mL 对二甲氨基苯甲醛溶液, 用水稀释至刻度, 充分摇匀后静置 10 min。以尿素态氮含量为零的溶液为参比溶液, 用 1 cm 比色皿, 在波长 430 nm 处比色, 测定吸光度。试液吸取量可根据样品进行调节, 使其处于标准曲线的最佳位置。根据尿素标准曲线的线性回归方程计算出尿素态氮的浓度, 根据公式计算出尿素态氮的质量。

在试样测定的同时, 除不添加尿素酶溶液外, 按上述培养环境和测定步骤进行对照试验。

A. 5 分析结果的表述

A. 5.1 分析结果的计算

氨挥发氮占总氮的百分率 w , 数值以%表示, 按公式 (A. 1) 计算:

$$w = \frac{(c_0 - c_1)VD}{mN \times 10} \times 100 \quad \dots\dots\dots \text{ (A. 1)}$$

式中:

c_0 ——未添加尿素酶查得对照组溶液中尿素态氮的浓度的数值, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

c_1 ——添加尿素酶后查得溶液中尿素态氮的浓度的数值, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

V ——显色体积的数值, 单位为毫升 (mL) ($V=100$);

D ——分取倍数 ($D=$ 定容体积/分取体积);

m ——试样的质量的数值, 单位为克 (g);

N ——按 5.3 测得的试样的总氮含量, 以%表示;

10——将 g/kg 转换为%的系数。

A. 5.2 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对偏差不大于 20%。

附录 B
(规范性附录)
氨挥发氮占总氮的百分率
尿素酶水解-容量法

B. 1 方法提要

肥料中的酰胺态氮在尿素酶的作用下水解为铵态氮，在氧化镁存在的条件下转化为氨释放出来，用硼酸溶液吸收后，再用一定浓度的硫酸标准滴定溶液滴定，从而得到氨挥发氮量，计算得到氨挥发氮占总氮的百分率。

B. 2 试剂和材料

B. 2. 1 尿素酶溶液：称取 0.500 g 尿素酶，加入 10 mL 水，用研钵研磨至糊状，全部转移至 500 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，储存于 4 ℃冰箱中，备用。

B. 2. 2 氧化镁悬浮液：30 g/L。

B. 2. 3 硼酸溶液：20 g/L。

B. 2. 4 混合指示剂：溶解 0.099 g 溴甲酚绿和 0.066 g 甲基红于 100 mL 乙醇（95%）中。

B. 2. 5 硫酸标准滴定溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。

B. 2. 6 碱性甘油：向 100 mL 甘油中加入 1 g 氢氧化钠，搅拌均匀后备用。

B. 3 仪器

B. 3. 1 通常实验室仪器。

B. 3. 2 扩散皿（外室内径 90 mm、高度 22 mm，内室内径 45 mm、高度 14 mm，见图 B. 1）。

B. 3. 3 恒温箱：可控温度（40±1）℃。

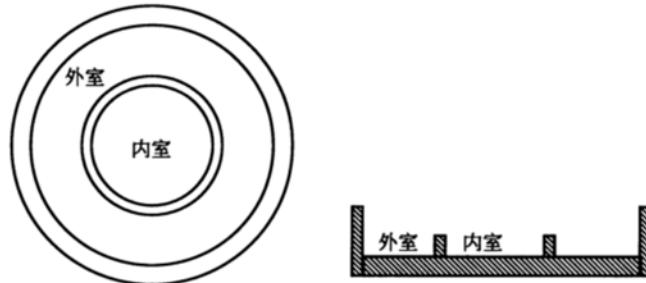


图 B. 1 扩散皿示意图

B. 4 分析步骤

B. 4. 1 试样的制备

用研钵将样品研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛，混合均匀，置于洁净、干燥的容器中。

B. 4. 2 试样溶液的制备

称取约 1 g（精确至 0.000 1 g）试样于烧杯中，加入 100 mL 水溶解试样，全部转移至 500 mL 容量瓶中，定容，摇匀，静置 2 h 后，备用。

B. 4. 3 测定

吸取 5 mL 试样溶液的上清液于扩散皿外室，吸取 2 mL 硼酸溶液于扩散皿内室，并滴加 2 滴混合指示剂，然后在扩散皿外室边缘涂上碱性甘油，盖上毛玻璃，旋转数次，使皿边与毛玻璃完全粘合。移动毛玻璃，通过边缘的缝隙向扩散皿外室加入 2 mL 尿素酶溶液，立即盖严，随后将扩散皿置于 (25±1) °C 恒温箱中，培养 20 min。

培养结束后，小心取出扩散皿，移动毛玻璃，通过边缘的缝隙向扩散皿中加入 5 mL 氧化镁悬浮液，立即盖严，并用橡皮筋固定。随后将扩散皿置于 (40±1) °C 恒温箱中，继续培养 1 h 后取出。用硫酸标准滴定溶液滴定内室硼酸溶液吸收的氨。溶液由蓝绿色变为微红色为滴定终点。

在试样测定的同时，除不添加尿素酶溶液外，按上述培养环境和测定步骤进行对照试验。

B. 5 分析结果的表述

B. 5. 1 分析结果的计算

氨挥发氮占总氮的百分率 w ，数值以%表示，按公式 (B. 1) 计算：

$$w = \frac{(V - V_0)c \times 14.01 \times D}{mN \times 10} \times 100 \quad \dots\dots\dots \text{ (B. 1)}$$

式中：

V ——试样测定时消耗硫酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——对照试验消耗硫酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c ——硫酸 $\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)$ 标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

14.01——氮的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol)；

D ——分取倍数 ($D = \text{定容体积}/\text{分取体积}$)；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；

N ——按 5.3 测得的试样的总氮含量，以%表示；

10——将 g/kg 换算为%的系数。

B. 5. 2 允许差

平行测定结果的相对偏差不大于 10%。

不同实验室测定结果的相对偏差不大于 20%。