

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5517~5518—2019

聚合物包膜尿素和聚合物硫包衣尿素 (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 5517—2019	聚合物包膜尿素	(1)
HG/T 5518—2019	聚合物硫包衣尿素	(15)

中国石化

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5518—2019

聚合物硫包衣尿素

Polymer sulfur coated urea

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新型肥料分技术委员会（SAC/TC105/SC5）归口。

本标准起草单位：上海化工研究院有限公司、山东农大肥业科技有限公司、上海化工院检测有限公司、山东农业大学。

本标准主要起草人：丁方军、范宾、郭新送、陈士更、张民、刘琳琳、郁晟杰、王高俊。

中国石化

聚合物硫包衣尿素

1 范围

本标准规定了聚合物硫包衣尿素的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于以聚合物和硫磺为主要包衣材料对颗粒尿素进行包衣，实现对氮的缓慢释放的聚合物硫包衣尿素。

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 2441.1 尿素的测定方法 第1部分：总氮含量

GB/T 2441.2 尿素的测定方法 第2部分：缩二脲含量 分光光度法

GB/T 2441.3 尿素的测定方法 第3部分：水分 卡尔·费休法

GB/T 2441.7 尿素的测定方法 第7部分：粒度 筛分法

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 18382 肥料标识 内容和要求

GB/T 29401—2012 硫包衣尿素

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

聚合物 polymer

一类源于石油化工衍生物或动植物提取物等的相对分子质量从几千到几百万的天然、合成或半合成有机高分子化合物。

3.2

聚合物硫包衣尿素 polymer sulfur coated urea (PSCU)

以聚合物和硫磺为主要包衣材料对颗粒尿素进行包衣，实现对氮的缓慢释放的包衣尿素。

3.3

初期氮素释放率 initial release rate of nitrogen

聚合物硫包衣尿素在 25℃ 静水中浸提 24 h，氮素的溶出量占总氮的质量分数。

3.4

7 天氮素释放率 7 days release rate of nitrogen

聚合物硫包衣尿素在 25 ℃ 静水中浸提 7 d，氮素的溶出量占总氮的质量分数。

3.5

28 天氮素释放率 28 days release rate of nitrogen

聚合物硫包衣尿素在 25 ℃ 静水中浸提 28 d，氮素的溶出量占总氮的质量分数。

3.6

累积氮素释放率 cumulative release rate of nitrogen

聚合物硫包衣尿素在一段时间内连续释放的氮素累积量占聚合物硫包衣尿素总氮的质量分数。

3.7

氮素释放期 nitrogen release period

聚合物硫包衣尿素的氮素释放时间，以聚合物硫包衣尿素在 25 ℃ 静水中浸提开始至达到 80% 的累积氮素释放率所需要的时间（d）表示。

4 要求

4.1 外观：颗粒状产品，无机械杂质。

4.2 聚合物硫包衣尿素应符合表 1 的要求，同时应符合包装容器上的标明值。

表 1 聚合物硫包衣尿素的要求

项 目	指 标		
	I 型	II 型	III 型
总氮（N）的质量分数/%	≥ 39.0	37.0	35.0
水分（H ₂ O）质量分数 ^a /%	≤ 1.0		
粒度（1.00 mm~4.75 mm） ^b /%	≥ 90		
缩二脲质量分数/%	≤ 1.2		
硫（S）的质量分数/%	≥ 8	10	15
初期氮素释放率/%	≤ 15	12	10
7 天氮素释放率/%	≤ 45	30	20
28 天氮素释放率/%	≤ 80	60	40
氮素释放期 ^c /d	标明值	标明值	标明值
<p>^a 水分以生产企业出厂检验数据为准。</p> <p>^b 特殊形状或更大颗粒（粉状除外）产品的粒度可由供需双方协议确定。</p> <p>^c 氮素释放期应以单一数值标注，其允许差为 25%，如标明值为 60 d，累积氮素释放率达到 80% 的时间允许范围为（60±15）d。</p>			

5 试验方法

5.1 一般规定

本标准中所使用的水，在未说明规格时，应符合 HG/T 2843 的规定；本标准中所用的试剂，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂；本标准中所用的标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液，在未说明配制方法时，均按 HG/T 2843 配制。

5.2 外观

目视法测定。

5.3 总氮

按 GB/T 2441.1 进行。

5.4 水分

按 GB/T 2441.3 进行。

5.5 粒度

按 GB/T 2441.7 进行。

5.6 缩二脲

按 GB/T 2441.2 进行。

5.7 硫

按 GB/T 29401—2012 中 5.4 的规定执行。

5.8 氮素释放率

5.8.1 方法提要

用水静置浸泡试料，在规定的温度和时间内试料中的氮素从试料颗粒溶出到水中，溶出到水中的氮素含量采用分光光度法或蒸馏后滴定法测定（以蒸馏后滴定法为仲裁法），溶出的氮素含量占试料中总氮含量的质量分数即为聚合物硫包衣尿素在一定时期内的累积氮素释放率。

5.8.2 仪器

5.8.2.1 通常实验室用仪器。

5.8.2.2 生化恒温培养箱：温度可控制在 $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

5.8.2.3 分光光度计。

5.8.2.4 消化仪器、消化加热装置、蒸馏仪器、蒸馏加热装置：均按 GB/T 8572 配备。

5.8.3 试样溶液制备

称取 10 g（精确至 0.01 g）6.4.1 中未粉碎的试料，放入孔径为 $150\ \mu\text{m}$ （100 目）的尼龙纱网做

成的小袋中，封口后，将小袋放入 250 mL 玻璃瓶或塑料瓶中，加入 200 mL 水，加盖密封，置于 25 ℃ 的生化恒温培养箱中，取样时间为 24 h、3 d、5 d、7 d、10 d、14 d、28 d、42 d、56 d，以后取样的时间间隔根据聚合物硫包衣尿素的氮素释放情况而定（最长间隔不可超过 28 d），直至累积氮素释放率达 80% 以上为止。取样时，将瓶上下颠倒 3 次，使瓶内的液体浓度均匀一致，全部移入 250 mL 容量瓶中，冷却至室温后定容至刻度，以备按 5.8.4 测定氮素释放量用。然后，向装有试料小袋的瓶中加入 200 mL 水，加盖密封后放入生化恒温培养箱中继续培养。

5.8.4 氮素释放量的测定

方法 A（仲裁法）：按 GB/T 8572 进行。

方法 B：按 HG/T 4215—2011 的附录 B 分光光度法进行。其中，波长设定 430 nm，分取浸提液 20 mL（分光光度值超过 0.8 后，调整浸提液的分取倍数）于 100 mL 容量瓶中，加入 20 mL 对二甲氨基苯甲醛溶液，摇匀，待气泡完全消失后，定容至刻度并充分摇匀，静置 10 min。

5.8.5 氮素释放率的计算

5.8.5.1 初期氮素释放率的计算

初期氮素释放率 V_1 ，数值以 % 表示，按公式（1）计算：

$$V_1 = \frac{W_1}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

W_1 ——25 ℃ 静水浸提 24 h 测得的氮素释放量的质量分数，以 % 表示；

W ——按 GB/T 2441.1 规定测得的总氮的质量分数，以 % 表示。

5.8.5.2 7 天氮素释放率的计算

7 天氮素释放率 V_7 ，数值以 % 表示，按公式（2）计算：

$$V_7 = \frac{W_7}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

W_7 ——25 ℃ 静水浸提 7 d 测得的氮素释放量的质量分数，以 % 表示；

W ——按 GB/T 2441.1 测得的总氮的质量分数，以 % 表示。

5.8.5.3 28 天氮素释放率的计算

28 天氮素释放率 V_{28} ，数值以 % 表示，按公式（3）计算：

$$V_{28} = \frac{W_{28}}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

W_{28} ——25 ℃ 静水浸提 28 d 测得的氮素释放量的质量分数，以 % 表示；

W ——按 GB/T 2441.1 测得的总氮的质量分数，以 % 表示。

5.8.5.4 氮素释放期的计算

聚合物硫包衣尿素的氮素释放期，以 t 表示，数值以天（d）计，按公式（4）计算：

$$t = 28 + \frac{80\% - V_{28}}{\Delta V_{14 \sim 28}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

(22)

式中：

V_{28} ——聚合物硫包衣尿素 28 d 累积氮素释放率；

$\Delta V_{14\sim 28}$ ——14 d 到 28 d 的平均释放率的数值，以 %/d 表示。

某一时段内氮素的每天平均释放率，以 $\Delta V_{n\sim m}$ 表示，按公式 (5) 计算：

$$\Delta V_{n\sim m} = \frac{V_m - V_n}{m - n} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

V_n —— n 天累积氮素释放率，以 % 表示；

V_m —— m 天累积氮素释放率，以 % 表示；

n ——可以分别为 1 d, 10 d, 14 d；

m ——可以分别为 10 d, 21 d, 28 d。

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

产品检验分出厂检验和型式检验。聚合物硫包衣尿素产品外观和表 1 中除 7 天氮素释放率、28 天氮素释放率、氮素释放期和硫的质量分数以外的项目为出厂检验项目。

型式检验项目在下列情况时，应测定：

- 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 组批

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 500 t。

6.3 采样方案

6.3.1 袋装产品

不超过 512 袋时，按表 2 确定采样袋数；大于 512 袋时，按公式 (6) 计算结果确定最少采样袋数，如遇小数则进位为整数。

$$n = 3 \sqrt[3]{N} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

n ——最少采样袋数；

N ——每批产品总袋数。

按表 2 或公式 (6) 计算结果，随机抽取一定袋数。用采样器沿每袋最长的对角线插入至袋的 3/4 处，每袋取出不少于 100 g 样品，每批采取总样品量不少于 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	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 进行。

6.4 样品缩分及制备

6.4.1 样品缩分

将采取的样品迅速混匀，用缩分器或四分法将样品缩分至约 1 kg，再缩分成 2 份，分装于 2 个洁净、干燥的 1 000 mL 具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中（生产企业质检部门可用洁净、干燥的塑料自封袋盛装样品），密封并贴上标签，注明生产企业名称、产品名称、批号或生产日期、取样日期和取样人姓名，一瓶做产品质量分析，另一瓶保存期限应至少超过养分释放期 2 个月。

6.4.2 样品制备

由 6.4.1 中取一瓶 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 1.00 mm 孔径筛，混匀，置于洁净、干燥的瓶中，做成分分析。余下 400 g 样品供粒度和初期氮素释放率、7 天氮素释放率和 28 天氮素释放率测定用。

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 检验项目的结果全部符合第 4 章要求时，判定该批产品合格。

6.5.3 如果生产企业出厂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只有一项指标不符合本标准要求，判该批产品不合格。

6.5.4 每批检验合格的出厂产品应附有质量证明书，其内容包括：生产企业名称和地址、产品名称、批号或生产日期、产品净含量、各指标标明值以及本标准编号。

7 标识

7.1 产品名称应标注“聚合物硫包衣尿素”。

7.2 应在产品包装容器上标明总氮含量、初期氮素释放率、7 天氮素释放率、28 天氮素释放率、氮

素释放期。当产品包装为吨包装时，只需标明总氮含量、氮素释放期、净含量、生产企业名称和地址，标识以标签悬挂的形式。

7.3 产品使用说明书应印刷在包装袋背面，其内容包括：产品名称、施用方法、适用作物和区域、建议施用量、贮存、注意事项等。

7.4 宜在包装容器或产品使用说明书上给出氮素释放曲线。

7.5 每袋净含量应标明单一数值，如 25 kg、40 kg 或 50 kg 等。

7.6 其余应符合 GB 18382。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品应使用符合 GB/T 8569 规定的材料进行包装，包装规格为 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg 或 10.0 kg，每袋净含量允许范围分别为 (50 ± 0.5) kg、 (40 ± 0.4) kg、 (25 ± 0.25) kg、 (10 ± 0.1) kg，每批产品平均每袋净含量不得低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、10.0 kg。当用户对每袋净含量有特殊要求时，可由供需双方协商解决，以双方合同规定为准。

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 在符合 GB/T 8569 规定的前提下，宜使用经济实用型包装。

8.4 产品应贮存于场地平整、阴凉、干燥处，堆放高度应小于 5 m。产品在运输过程中应防潮、防晒、防破损。