

ICS 65.080
G 21

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5519~5520—2019

含肥效保持剂肥料和化肥防结块剂 (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 5519—2019 含肥效保持剂肥料	(1)
HG/T 5520—2019 化肥防结块剂	(21)

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 5519—2019

含肥效保持剂肥料

Fertilizers containing fertilizer effect-retaining agent

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（SAC/TC105）归口。

本标准起草单位：安徽帝元生物科技有限公司、中国科学院合肥物质科学研究院、安徽六国化工股份有限公司、湖北新洋丰肥业股份有限公司、鲁西化工集团股份有限公司、河南心连心化肥有限公司、云南云天化股份有限公司、安徽省质量和标准化研究院。

本标准主要起草人：武兵、丁昌东、龚岳、黄崑成、李红春、余立祥、蔡冬清、倪晓宇、刘荣、梁富忠、黄祥川、陈高峰、张应虎、毛红祥。

中国石化

含肥效保持剂肥料

1 范围

本标准规定了含肥效保持剂肥料的术语和定义、分类、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于在尿素、复合肥料、掺混肥料中添加肥效保持剂制得的含肥效保持剂尿素、含肥效保持剂复合肥料、含肥效保持剂掺混肥料。

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 2440—2017 尿素

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 6274 肥料和土壤调理剂 术语

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8572 复混肥料中总氮含量测定 蒸馏后测定法

GB/T 15063 复混肥料（复合肥料）

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB/T 21633 掺混肥料（BB肥）

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

NY/T 1116—2014 肥料 硝态氮、氨态氮、酰胺态氮含量的测定

NY/T 1977—2010 水溶肥料 总氮、磷、钾含量的测定

3 术语和定义

GB/T 6274 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

肥效保持剂 fertilizer effect-retaining agent

以活性层状硅酸盐类矿物（如海泡石、高岭石、凹凸棒石等）和功能性高分子材料（聚乙烯醇、聚丙烯酰胺、改性淀粉等）为主体，按一定比例复配制成的在土壤中遇水可形成蓬松的团聚体的粉体或颗粒制剂。

3.2

含肥效保持剂肥料 fertilizer containing fertilizer effect-retaining agent

按一定比例添加肥效保持剂制成的肥料。

3.3

氮素溶出率 nitrogen dissolution rate

表征含肥效保持剂肥料减少肥料养分流失的功能性指标。在特定淋溶试验条件下含肥效保持剂肥

料浸提液中氮素含量占肥料氮素总量的比值，以百分数表示。

3.4

氨挥发减少率 ammonia volatilization reduction ratio

表征含肥效保持剂肥料减少氨挥发损失的功能性指标。尿素在脲酶（尿素酶）作用下分解，释放出的氨被硼酸溶液吸收，使用硫酸标准溶液滴定吸收液，含肥效保持剂肥料中的尿素与普通尿素消耗硫酸标准溶液的体积的差值与后者的比值，以百分数表示。

3.5

基质肥料 basic fertilizer

未加肥效保持剂的相同种类且等养分含量的肥料，即含肥效保持剂肥料除肥效保持剂以外的物料。

4 分类

4.1 以未改性矿物材料和功能性高分子材料为主体的肥效保持剂为Ⅰ型；以改性矿物材料和功能性高分子材料为主体的肥效保持剂为Ⅱ型。

4.2 根据基质肥料的种类，含肥效保持剂肥料可分为含肥效保持剂尿素（Ⅰ型、Ⅱ型）、含肥效保持剂复合肥料（Ⅰ型、Ⅱ型）、含肥效保持剂掺混肥料（Ⅰ型、Ⅱ型）三类。其中，添加Ⅰ型肥效保持剂的肥料为Ⅰ型含肥效保持剂肥料，添加Ⅱ型肥效保持剂的肥料为Ⅱ型含肥效保持剂肥料。

5 要求

5.1 外观：颗粒状，无机械杂质。

5.2 含肥效保持剂尿素应符合表1、GB/T 2440—2017中农业用合格品的要求和包装容器上的标明值。

表1 含肥效保持剂尿素的要求

项 目	指 标	
	I 型	II 型
氮素溶出率 X/%	≤ 70.0	70.0
氨挥发减少率 dA/%	≥ —	15.0

5.3 含肥效保持剂复合肥料应符合表2、GB/T 15063的要求和包装容器上的标明值。

表2 含肥效保持剂复合肥料的要求

项 目	指 标	
	I 型	II 型
氮素溶出率 X/%	≤ 70.0	70.0
氨挥发减少率 dA [*] /%	≥ —	15.0

* 不含尿素的含肥效保持剂复合肥料不检测该项指标。

5.4 含肥效保持剂掺混肥料应符合表3、GB/T 21633的要求和包装容器上的标明值。

表 3 含肥效保持剂掺混肥料的要求

项 目	指 标	
	I 型	II 型
氮素溶出率 X/%	≤ 70.0	70.0
氨挥发减少率 dA*/%	≥ —	15.0
* 不含尿素的含肥效保持剂掺混肥料不检测该项指标。		

6 试验方法

6.1 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。

6.2 外观

目测法测定。

6.3 氮素溶出率

含肥效保持剂复合肥料、含肥效保持剂掺混肥料按附录 A 进行，含肥效保持剂尿素按附录 B 进行。

6.4 氨挥发减少率

按附录 C 进行。

6.5 含肥效保持剂尿素的缩二脲含量

称取约 5 g 试样（精确至 0.000 2 g）于 50 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 水，超声使尿素溶解，肥效保持剂均匀分散于试液中，加入 1 mL 硫酸溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=1 \text{ mol/L}\right]$ ，摇匀后待肥效保持剂完全絮凝，过滤，分多次每次用 10 mL 蒸馏水洗涤，收集滤液于 100 mL 容量瓶中，用蒸馏水冲洗滤液接收瓶（总水量不大于 50 mL）。之后按 GB/T 2441.2 的规定进行。

6.6 其他项目

按相应基质肥料标准规定的方法进行。

7 检验规则

7.1 检验类别及检验项目

产品检验包括出厂检验和型式检验。出厂检验项目和型式检验项目见表 4。

表 4 含肥效保持剂肥料的出厂检验项目和型式检验项目

产品类型	出厂检验项目	型式检验项目
含肥效保持剂尿素（Ⅰ型）	外观、总氮、氮素溶出率、粒度	5.2 和 GB/T 2440—2017 中农业用合格品的全部项目
含肥效保持剂尿素（Ⅱ型）	外观、总氮、氮素溶出率、氨挥发减少率、粒度	5.2 和 GB/T 2440—2017 中农业用合格品的全部项目
含肥效保持剂复合肥料（Ⅰ型）	外观、总养分、主要养分含量、水溶磷/有效磷、氮素溶出率、水分、粒度	5.3 和 GB/T 15063 中的全部项目
含肥效保持剂复合肥料（Ⅱ型）	外观、总养分、主要养分含量、水溶磷/有效磷、氮素溶出率、氨挥发减少率、水分、粒度	5.3 和 GB/T 15063 中的全部项目
含肥效保持剂掺混肥料（Ⅰ型）	外观、总养分、水溶磷/有效磷、氮素溶出率、水分、粒度	5.4 和 GB/T 21633 中的全部项目
含肥效保持剂掺混肥料（Ⅱ型）	外观、总养分、水溶磷/有效磷、氮素溶出率、氨挥发减少率、水分、粒度	5.4 和 GB/T 21633 中的全部项目

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。

7.2 组批

产品按批检验，按 1 天或 2 天的产量为一批，最大批量为 500 t。

7.3 采样方案

7.3.1 含肥效保持剂尿素执行 GB/T 2440—2017 中的采样方案。

7.3.2 含肥效保持剂复合肥料执行 GB/T 15063 中的采样方案。

7.3.3 含肥效保持剂掺混肥料执行 GB/T 21633 中的采样方案。

7.4 样品缩分和试样制备

7.4.1 含肥效保持剂尿素按照 GB/T 2440—2017 中样品缩分及试样制备的条款进行操作。

7.4.2 含肥效保持剂复合肥料按照 GB/T 15063 中样品缩分及试样制备的条款进行操作。

7.4.3 含肥效保持剂掺混肥料按照 GB/T 21633 中样品缩分及试样制备的条款进行操作。

7.5 结果判定

7.5.1 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”。

7.5.2 检验项目全部符合本标准要求时，判该批产品合格。

7.5.3 出厂检验时，若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，判该批产品不合格。

7.5.4 每批检验合格的出厂产品应附有质量证明书，内容见表 5。

表 5 含肥效保持剂肥料质量证明书

产品类型	质量证明书内容
含肥效保持剂尿素 (I型)	企业名称和地址、产品名称、商标、产品类别、等级、总氮含量、氮素溶出率、缩二脲含量、水分、粒度、批号或生产日期、产品净含量、本标准编号和 GB/T 2440—2017。不属于出厂检验的项目标明值应为最近一次型式检验时的检测值。
含肥效保持剂尿素 (II型)	企业名称和地址、产品名称、商标、产品类别、等级、总氮含量、氮素溶出率、氨挥发减少率、缩二脲含量、水分、粒度、批号或生产日期、产品净含量、本标准编号和 GB/T 2440—2017。不属于出厂检验的项目标明值应为最近一次型式检验时的检测值。
含肥效保持剂复合肥料 (I型)	企业名称和地址、产品名称、批号或生产日期、总养分、氮素溶出率、配合式、氯离子含量、缩二脲含量、水分、粒度、产品净含量、本标准编号和 GB/T 15063。以钙、镁、磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥的产品应注明为“枸溶性磷”，并应注明是“硝态氮”或“尿素态氮”。不属于出厂检验的项目标明值应为最近一次型式检验时的检测值。
含肥效保持剂复合肥料 (II型)	企业名称和地址、产品名称、批号或生产日期、总养分、氮素溶出率、氨挥发减少率、配合式、氯离子含量、缩二脲含量、水分、粒度、产品净含量、本标准编号和 GB/T 15063。以钙、镁、磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥的产品应注明为“枸溶性磷”，并应注明是“硝态氮”或“尿素态氮”。不属于出厂检验的项目标明值应为最近一次型式检验时的检测值。
含肥效保持剂掺混肥料 (I型)	企业名称和地址、产品名称、批号或生产日期、总养分、氮素溶出率、配合式、氯离子含量、产品净含量、本标准编号和 GB/T 21633。不属于出厂检验的项目标明值应为最近一次型式检验时的检测值。
含肥效保持剂掺混肥料 (II型)	企业名称和地址、产品名称、批号或生产日期、总养分、氮素溶出率、氨挥发减少率、配合式、氯离子含量、产品净含量、本标准编号和 GB/T 21633。不属于出厂检验的项目标明值应为最近一次型式检验时的检测值。

8 标识

出厂产品包装标识内容要求见表 6。

表 6 含肥效保持剂肥料标识

产品类型	标 识 内 容
含肥效保持剂尿素 (I型)	产品包装上应标明总氮含量、氮素溶出率、粒径范围、本标准编号和 GB/T 2440—2017, 其余按照 GB/T 2440—2017 和 GB 18382 的规定进行标识。
含肥效保持剂尿素 (II型)	产品包装上应标明总氮含量、氮素溶出率、氨挥发减少率、粒径范围、本标准编号和 GB/T 2440—2017, 其余按照 GB/T 2440—2017 和 GB 18382 的规定进行标识。
含肥效保持剂复合肥料 (I型)	产品包装上应标明氮素溶出率、本标准编号和 GB/T 15063, 其余按照 GB/T 15063 和 GB 18382 的规定进行标识。
含肥效保持剂复合肥料 (II型)	产品包装上应标明氮素溶出率、氨挥发减少率、本标准编号和 GB/T 15063, 其余按照 GB/T 15063 和 GB 18382 的规定进行标识。
含肥效保持剂掺混肥料 (I型)	产品包装上应标明氮素溶出率、本标准编号和 GB/T 21633, 其余按照 GB/T 21633 和 GB 18382 的规定进行标识。
含肥效保持剂掺混肥料 (II型)	产品包装上应标明氮素溶出率、氨挥发减少率、本标准编号和 GB/T 21633, 其余按照 GB/T 21633 和 GB 18382 的规定进行标识。

9 包装、运输和贮存

9.1 含肥效保持剂尿素执行 GB/T 2440—2017 中的包装、运输和贮存要求。

9.2 含肥效保持剂复合肥料执行 GB/T 15063 中的包装、运输和贮存要求。

9.3 含肥效保持剂掺混肥料执行 GB/T 21633 中的包装、运输和贮存要求。

附录 A

(规范性附录)

含肥效保持剂复合肥料、含肥效保持剂掺混肥料氮素溶出率的测定

蠕动泵反向淋溶法

A.1 范围

本方法适用于含肥效保持剂复合肥料、含肥效保持剂掺混肥料氮素溶出率的测定。

A.2 方法提要

将一定量经制备的含肥效保持剂复合肥料、含肥效保持剂掺混肥料试样加入淋溶柱，通过蠕动泵将一定体积的水自下而上进行反向淋溶。待淋溶完毕后，取浸提液按 GB/T 8572 中的方法测定总氮含量，计算出氮素溶出率。

A.3 试剂和材料

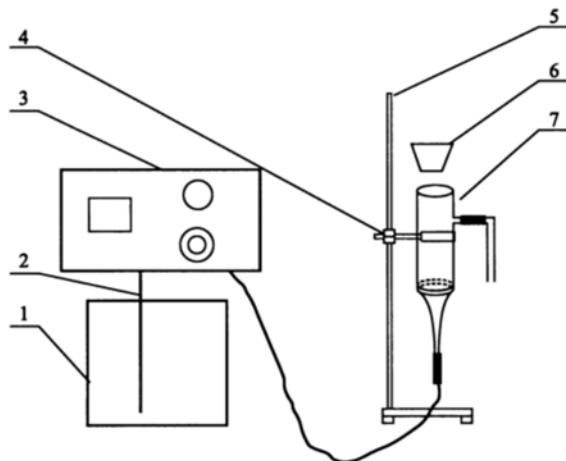
A.3.1 GB/T 8572 中所用试剂和材料。

A.3.2 25 ℃的水。

A.3.3 石英砂：分析纯。

A.4 仪器

A.4.1 氮素溶出率试验装置：如图 A.1 所示。

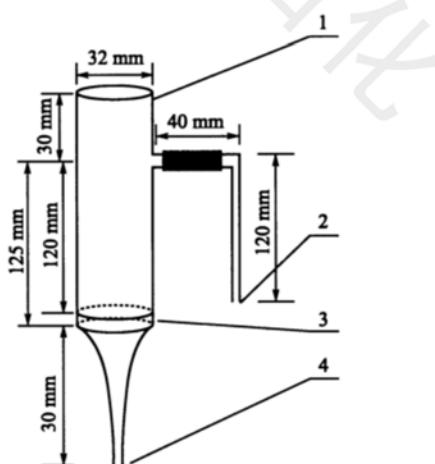


说明：

- 1—储水箱；
- 2—蠕动泵泵管；
- 3—蠕动泵；
- 4—固定夹；
- 5—铁架台；
- 6—橡皮塞；
- 7—淋溶柱。

图 A. 1 氮素溶出率试验装置

A. 4.1.1 淋溶柱：一根内径为 32 mm、总长度为 185 mm 的玻璃柱，玻璃柱直管底部焊接 1 号砂芯板，如图 A. 2 所示。



说明：

- 1—淋溶柱管口；
- 2—出水口；
- 3—砂芯板；
- 4—进水口。

图 A. 2 淋溶柱

A. 4.1.2 蠕动泵：可双向转动，流速 0.02 mL/min~20 mL/min，水管尺寸为 2.4 mm (内径)×0.8 mm (管壁厚)。

A. 4.1.3 打孔器：一根长 20 cm、外径为 12 mm 的柱体，可自制。

A. 4.2 通常实验室用仪器。

A.5 试验准备

A.5.1 淋溶介质的预处理：过筛，选取其中 0.25 mm (60目) $\sim 0.85\text{ mm}$ (20目)的石英砂，用自来水清洗3次~5次，再用蒸馏水清洗2次，于 105°C 下烘干备用。

A.5.2 肥料试样的预处理：取一定量含肥效保持剂肥料粉碎，选取粒径 0.18 mm (80 目)～0.50 mm (35 目) 的肥料为待测试样。

A.6 测定步骤

A. 6.1 做 2 份试料的平行测定。

A.6.2 按 GB/T 8572 测定试料总氮 (N) 含量

A. 6.3 在淋溶柱中装入 90.0 g 石英砂，将蠕动泵出水管连接到淋溶柱下端的管口 4，用橡皮塞塞紧管口 1。

A. 6.4 正向转动蠕动泵将蒸馏水（25℃）从管口4压入淋溶柱，当管口2有水流出时，将蠕动泵进水管从蒸馏水中取出，反向转动蠕动泵，将淋溶柱中的水反向吸出，当水位降至石英砂平面上约15 mm时，暂停蠕动泵，取下橡皮塞，用打孔器在砂柱中央轻轻转动，插入石英砂平面30 mm深，然后使蠕动泵继续反向转动，至液面下落至距石英砂平面下约35 mm处，暂停蠕动泵，缓慢旋转出打孔器，砂柱形成一个直径12 mm、深30 mm的圆柱坑。

A.6.5 称取 2 g 试样（精确至 0.000 2 g），用漏斗倒入淋溶砂柱中央位置圆坑内，在试样上覆盖 40.0 g 石英砂（使石英砂上平面与淋溶柱支口大约平行，确保浸提液漫出石英砂平面时即可流出）。

A.6.6 用橡皮塞塞紧管口1，调节蠕动泵流速约为11 mL/min，正向转动蠕动泵将蒸馏水（25℃）从管口4压入淋溶柱，至液面与石英砂顶部平齐，浸泡2 min后，将200 mL容量瓶放置于管口2下端接收浸提液，待浸提液至刻度线时停止接收（所需时间约17 min），摇匀。

A.6.7 取一定体积浸提液，按 GB/T 8572 测定总氮（N）含量。

A.7 分析结果的表述

氮素溶出率 X , 数值以%表示, 按公式 (A.1) 计算:

$$X = \frac{N_1}{N} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

式中：

N_1 ——含肥效保持剂肥料浸提液中总氮(N)含量;

N——含肥效保持剂肥料试样中总氮(N)含量。

计算结果保留到小数点后 2 位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A.8 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 3.0%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 5.0%。

附录 B

(规范性附录)

含肥效保持剂尿素氮素溶出率的测定

蠕动泵反向淋溶法

B. 1 范围

本方法适用于含肥效保持剂尿素氮素溶出率的测定。

B. 2 方法提要

定量称取含肥效保持剂尿素颗粒试样，加入淋溶柱，通过蠕动泵将一定体积的蒸馏水自下而上进行淋溶。待淋溶完毕后，根据尿素在酸性条件下与对二甲氨基苯甲醛形成稳定的亮黄色配合物，可在波长为 440 nm 处测定其吸光度值的原理，取浸提液进行尿素含量的检测，换算成总氮含量，计算出含肥效保持剂尿素氮素溶出率。

B. 3 试剂和材料

B. 3. 1 石英砂：分析纯。

B. 3. 2 硫酸溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=4 \text{ mol/L}$ 。

B. 3. 3 硫酸溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=8 \text{ mol/L}$ 。

B. 3. 4 对二甲氨基苯甲醛显色剂溶液：14.5 g/L。

将 14.5 g 对二甲氨基苯甲醛溶于 300 mL $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=8 \text{ mol/L}$ 的硫酸溶液中，定容至 1 L。

B. 3. 5 尿素标准溶液：10 g/L。

B. 3. 6 25 °C 蒸馏水。

B. 4 仪器

B. 4. 1 氮素溶出率试验装置：见 A. 4. 1。

B. 4. 2 分光光度计。

B. 4. 3 通用实验室仪器。

B. 5 试验准备

淋溶介质的预处理：过筛，选取其中 0.425 mm (40 目) ~ 0.600 mm (30 目) 的石英砂，用自

来水清洗3次~5次，再用蒸馏水清洗2次，于105℃下烘干备用。

肥料试样的预处理：将含肥效保持剂尿素过筛，小颗粒产品（0.85 mm~2.80 mm）选取粒径范围为1.18 mm~2.36 mm，中颗粒产品（1.18 mm~3.35 mm）选取粒径范围为2.36 mm~2.80 mm，大颗粒产品（2.00 mm~4.75 mm）选取粒径范围为2.36 mm~4.00 mm的颗粒为待测试样。

B.6 试验步骤

B.6.1 平行测定

做2份试料的平行测定。

B.6.2 尿素标准曲线绘制

B.6.2.1 尿素标准比色溶液的制备

按表B.1所示准确吸取尿素标准溶液，分别注入10个25 mL容量瓶中。每个容量瓶加入1.25 mL硫酸溶液（B.3.2），摇匀后再加入2.5 mL对二甲氨基苯甲醛显色剂溶液（B.3.4），定容后摇匀，待测吸光度值。

表B.1 尿素标准样加入量

尿素标准溶液的体积/mL	对应的尿素质量/mg
0	0
0.25	2.5
0.50	5.0
1.00	10.0
1.50	15.0
2.00	20.0
2.50	25.0
5.00	50.0
7.50	75.0
12.50	125.0

B.6.2.2 吸光度的测定

以尿素含量为零的溶液作为参比溶液，在波长440 nm处，用分光光度计测定标准比色溶液的吸光度值。

B.6.2.3 标准曲线的绘制

以25 mL标准比色溶液中尿素的质量（mg）为横坐标、相应的吸光度值为纵坐标作图，或求线性回归方程。

B.6.3 氮素溶出率的测定

B.6.3.1 含肥效保持剂尿素浸提液的制备

试验装置如图A.1所示，在淋溶柱中装入90.0 g石英砂，将蠕动泵出水管连接到淋溶柱下端的

管口 4，用橡皮塞塞紧管口 1。

称取 3.00 g 含肥效保持剂尿素试样，用漏斗均匀平铺于淋溶砂柱内，在试样上覆盖 40.0 g 石英砂（使石英砂上平面与淋溶柱支口平行，确保浸提液漫出石英砂平面时即可流出）。

用橡皮塞塞紧管口1，调节蠕动泵流速约为11 mL/min，正向转动蠕动泵将蒸馏水(25℃)从管口4压入淋溶柱，将50 mL量筒放置于管口2下端接收浸提液，待浸提液至刻度线30 mL时停止接收，关闭蠕动泵，淋溶结束，过滤浸提液。

B. 6.3.2 含肥效保持剂尿素浸提液的显色

取 1 mL 浸提液于 25 mL 容量瓶中，依次加入 1.25 mL 硫酸溶液（B. 3.2）、2.5 mL 对二甲氨基苯甲醛显色剂溶液（B. 3.4），定容后摇匀。

B. 6. 3. 3 含肥效保持剂尿素浸提液吸光度值的测定

与标准曲线绘制步骤相同，对显色过的含肥效保持剂尿素浸提液进行吸光度值测定。

B.7 分析结果的表述

氮素溶出率 X ，数值以%表示，按公式 (B.1) 计算：

$$X = \frac{N_1}{N} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (\text{B. 1})$$

式中：

N_1 ——从标准曲线查出或由回归方程计算出的含肥效保持剂尿素浸提液中的尿素的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

N——从标准曲线查出或由回归方程计算出的含肥效保持剂尿素试样中的尿素的质量的数值，单位为毫克 (mg)。

计算结果保留到小数点后 2 位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

B.8 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 3.0%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 5.0%。

附录 C
(规范性附录)
氨挥发减少率的测定
硼酸吸收-硫酸滴定法

C. 1 范围

本方法适用于含肥效保持剂肥料氨挥发减少率的测定。

C. 2 方法提要

含肥效保持剂肥料中酰胺态氮在脲酶作用下可水解成铵态氮，在碱性条件下转化为氨释放出来，用硼酸溶液吸收释放出的氨，再用硫酸标准溶液进行滴定，同时以等酰胺态氮含量的普通尿素为对照样，根据消耗的硫酸标准溶液的体积计算出氨挥发减少率。

C. 3 试剂和材料

C. 3. 1 脲酶：巨豆酶，活性为 58 U/mg。

C. 3. 2 尿素：分析纯。

C. 3. 3 磷酸盐缓冲液。

称取 124.65 g 磷酸氢二钠（十二水）和 8.11 g 磷酸二氢钠（二水），溶解于 800 mL 水中，定容至 2L。

C. 3. 4 脲酶溶液。

称取 0.1500 g 活性为 58 U/mg 的脲酶干粉，溶解于磷酸盐缓冲液中，用磷酸盐缓冲液定容至 1 000 mL，现用现配。

C. 3. 5 硫酸标准溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

C. 3. 6 硼酸溶液： 2%。

C. 3. 7 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。

C. 4 仪器

C. 4. 1 恒温水浴锅。

C. 4. 2 含流量计的气源。

C. 4. 3 通常实验室用仪器。

C.5 实验步骤

C. 5. 1 平行测定

做 2 份试料的平行测定。

C.5.2 氨挥发培养

C.5.2.1 含肥效保持剂尿素

称取 5.0 g 含肥效保持剂尿素，加到 250 mL 三口烧瓶中，加入 10 mL 水，吸取 20 mL 硼酸溶液于吸收瓶中，加入 3 滴混合指示剂，按图 C.1 连接装置，经分液漏斗加入 50 mL 脲酶溶液于三口烧瓶中，关闭分液漏斗阀门，置于 40 ℃ 恒温水浴 60 min。开始通气，通入 5.0 L 空气，移开吸收瓶，用硫酸标准溶液滴定硼酸溶液吸收的氨，溶液由蓝绿色变为微红色为滴定终点，消耗的硫酸标准溶液的体积记为 V_1 。同时以分析纯尿素进行对照试验，滴定时消耗的硫酸标准溶液的体积记为 V_2 。

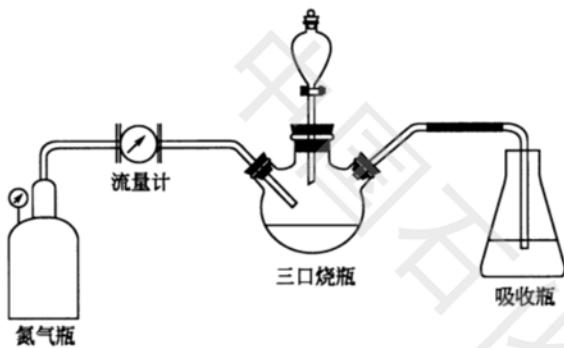


图 C.1 氨挥发减少率试验装置图

C. 5.2.2 含肥效保持剂复合肥料、含肥效保持剂掺混肥料

称取 5.0 g 含肥效保持剂肥料试料, 按 NY/T 1116—2014 中 4.2 的方法进行蒸馏。蒸馏液冷却后, 摆匀, 按 NY/T 1977—2010 中 3.1.4.2.3 的方法测定蒸馏液中的氮含量, 单位为 mg/mL。移取 50.0 mL 试样蒸馏液于三口烧瓶中, 其他操作同 C.5.2.1。

用尿素配制 100 mL 与试样蒸馏液酰胺态氮含量相同的对照溶液，移取 50.0 mL 于三口烧瓶中，其他操作同 C. 5. 2. 1。

C. 6 分析结果的表述

含肥效保持剂肥料氨挥发减少率 dA ，数值以%表示，按公式 (C.1) 计算：

$$dA = \frac{V_2 - V_1}{V_2} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (C. 1)$$

式中：

V_2 —尿素对照样消耗的硫酸标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——含肥效保持剂肥料消耗的硫酸标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）。

计算结果保留到小数点后 2 位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

C.7 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 2.0%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 3.0%。

中国石化