

ICS 65.080
G 21
备案号:34618—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4215—2011

控释肥料

Controlled-release fertilizer

2011-12-20 发布

2012-07-01 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《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容有可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录。

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。

本标准主要起草单位：国家化肥质量监督检验中心(上海)、山东金正大生态工程股份有限公司、山东农业大学、中国农业大学。

本标准主要起草人：刘刚、万连步、张民、曹一平、徐秋明、陈宏坤、杨一、段路路、董茂忠。

本标准为首次发布。

控释肥料

1 范围

本标准规定了控释肥料的术语、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于由各种工艺加工而成的单一、复混(合)、掺混(BB)控释肥料。

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,仅所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—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 8569 固体化学肥料包装

GB/T 8572 复混肥料中总氮含量测定 蒸馏后滴定法

GB/T 17767.3—1999 有机-无机复混肥料中总钾含量的测定

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB 21633 掺混肥料(BB肥)

GB/T 22923 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

控释肥料 controlled release fertilizer

能按照设定的释放率(%)和释放期(d)来控制养分释放的肥料。

3.2

控释养分 controlled release nutrient

控释肥料中具有控释效果的氮、钾中的一种或两种养分的统称。

注:控释养分定量表述时不包含没有控释效果的那部分养分量。如配合式为15-15-15的三元控释复混肥料中有占肥料总质量10%的氮具有控释效果,则称氮为控释养分;定量表述时,则指10%的氮为控释养分。

3.3

初期养分释放率 initial release rate of nutrient

控释肥料养分在25℃静水中浸提24h的释放量占该养分总量的质量分数。

注:三元或二元控释肥料的初期养分释放率用氮释放率来表征;若不含氮,其初期养分释放率用钾释放率来表征。

3.4

累积养分释放率 cumulative release rate of nutrient

控释肥料养分在一段时期内的连续释放累积量占该养分总量的质量分数。

注:三元或二元控释肥料的养分释放率用氮释放率来表征;若不含氮,其养分释放率用钾释放率来表征。

3.5

平均养分释放率/微分养分释放率 average/differential release rate of nutrient

某一时段内按天计算的平均养分释放率,也可称为日平均养分释放率。

3.6

养分释放期 stated release longevity of nutrient

控释养分的释放时间,以控释养分在 25 ℃ 静水中浸提开始至达到 80 % 的累积养分释放率所需的时间(d)来表示。

3.7

部分控释肥料 partial controlled release fertilizer

将控释肥料与常规化肥掺混在一起而使部分养分具有控释效果的肥料。

3.8

控释养分量 controlled release nutrient content

指部分控释肥料中控释总养分占肥料总质量的质量分数,在 25 ℃ 静水中浸泡 24 h 后未释放出且在 28 d 的累积释放率不超过 75 % 的,但在标明的养分释放期时其累积释放率能达到 80 % 的那部分养分的质量分数。

4 分类

产品按核芯种类分为控释氮肥、控释钾肥、控释复混肥料、控释复合肥料、控释掺混肥料(BB 肥)。

5 要求

5.1 外观:颗粒状产品,无机械杂质。

5.2 控释肥料产品应符合表 1 和包装标明值的要求,除表中的指标外,其他指标应符合相应的产品标准的规定,如复混肥料(复合肥料)、掺混肥料中的氯离子含量、尿素中的缩二脲含量等。

表 1 控释肥料的要求

项 目	指 标	
	高浓度	中浓度
总养分(N+P ₂ O ₅ +K ₂ O)的质量分数 ^{a,b} /%	≥ 40.0	30.0
水溶性磷占有效磷的质量分数 ^c /%	≥ 60	50
水分(H ₂ O)的质量分数 ^d /%	≤ 2.0	2.5
粒度(1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm)/%	≥ 90	
养分释放期 ^e /d	标明值	
初期养分释放率 ^f /%	≤ 12	
28 d 累积养分释放率 ^f /%	≤ 75	
养分释放期的累积养分释放率 ^f /%	≥ 80	
<p>^a 总养分可以是氮、磷、钾三种或两种之和,也可以是氮和钾中的任何一种养分。</p> <p>^b 三元或二元控释肥料的单一养分含量不得低于 4.0 %。</p> <p>^c 以钙镁磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥并在包装袋上注明为“枸溶性磷”的产品、未标明磷含量的产品、控释氮肥以及控释钾肥,“水溶性磷占有效磷的质量分数”这一指标不做检验和判定。</p> <p>^d 水分以出厂检验数据为准。</p> <p>^e 应以单一数值标注养分释放期,其允许差为 20 %。如标明值为 180 d,累积养分释放率达到 80 % 的时间允许范围为(180±36) d;如标明值为 90 d,累积养分释放率达到 80 % 的时间允许范围为(90±18) d。</p> <p>^f 三元或二元控释肥料的养分释放率用总氮释放率来表征;对于不含氮的控释肥料,其养分释放率用钾释放率来表征。</p>		

5.3 部分控释肥料的控释性能应符合表 2 的要求,同时应符合包装标明值和相应国家或行业标准的要求。

表 2 部分控释肥料的要求

项 目	指 标
总养分(N+P ₂ O ₅ +K ₂ O)的质量分数/%	≥ 35.0
控释养分量 ^a /%	标明值
控释养分释放期/d	标明值
控释养分 28 d 的累积养分释放率/%	≤ 75
控释养分释放期的累积养分释放率/%	≥ 80
^a 控释养分为单一养分时,控释养分量应不小于 8.0%,控释养分为氮和钾两种时,每种控释养分量应不小于 4.0%。	

6 试验方法

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,均应按 HG/T 2843 之规定。

6.1 外观

目视法测定。

6.2 总氮含量的测定

按相应的核芯产品标准中规定的方法或 GB/T 22923 中的规定进行,以化学法为仲裁法。

6.3 水溶性磷和有效磷含量的测定及水溶性磷占有有效磷的质量分数的计算

按相应的核芯产品标准中规定的方法或 GB/T 22923 中的规定进行,以化学法为仲裁法。

6.4 钾含量的测定

按相应的核芯产品标准中规定的方法或 GB/T 22923 中的规定进行,以化学法为仲裁法。

6.5 水分的测定

按相应的核芯产品标准中规定的方法进行。

6.6 粒度的测定

选用适合的试验筛,按 GB/T 24891 规定的方法进行。

6.7 养分释放率的测定

6.7.1 方法提要

用水静置浸泡试料,在规定的温度和时间内,试料中的养分从肥料颗粒中溶出到水中,用蒸馏后滴定法或自动分析仪法测定溶出的总氮含量,用火焰光度计法或重量法或自动分析仪法测定溶出的钾含量,也可根据核芯产品控释养分选择附录 A 中的电导率法或附录 B 中的分光光度法测定溶出的养分含量,溶出的养分含量占该养分总含量的质量分数即为控释养分一定时期的累积养分释放率。

6.7.2 仪器

6.7.2.1 通常实验室用仪器;

6.7.2.2 生化恒温培养箱,温度可以控制在(15±1)℃、(25±1)℃、(60±1)℃;

6.7.2.3 恒温快速浸提仪,有 6~18 个密闭承压的不锈钢浸提室(容积为 300 mL~500 mL),浸提室置于密闭承压恒温(可调至室温~100℃之间的任意温度)水浴室中,浸提仪装有浸提室温度巡视显示器和恒温水浴室温度显示器,以及温度升降调节按钮等,可使浸提室和水浴室保持恒温在±1℃范围内;

6.7.2.4 凯氏定氮仪;

以 6.7.3.3 或 6.7.3.4 中经干过滤的浸提液为试液,其余按 GB/T 17767.3 1999 中“6 分析步骤”进行,计算公式根据实际情况加以修正。

钾的释放量小于 2 % 时用火焰光度法测定;钾的释放量大于等于 2 % 时用四苯硼酸钾重量法或火焰光度法测定。也可按 GB/T 22923 中规定的方法进行测定。以火焰光度法(钾的释放量小于 2 % 时)或四苯硼酸钾重量法(钾的释放量大于等于 2 % 时)为仲裁法。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

6.7.4 养分释放率的计算

6.7.4.1 初期养分释放率 v_1 ,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$v_1 = \frac{w_1}{w} \times 100 \quad (1)$$

式中:

w_1 ——按 6.7.3 条 25 °C 下浸提 24 h 测定的氮或钾释放量的质量分数,数值以 % 表示;

w ——按 6.2 规定测得的总氮的质量分数,或按 6.4 测得的钾的质量分数,数值以 % 表示。 w 应与 w_1 测定的控释养分一致。

6.7.4.2 控释肥料的 7 d 累积养分释放率和部分控释肥料的控释养分的 7 d 累积养分释放率 v_7 ,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$v_7 = \frac{w_7}{w} \times 100 \quad (2)$$

式中:

w_7 ——按 6.7.3 条 25 °C 下浸提 7 d 测定的氮或钾释放量的质量分数,数值以 % 表示;

w ——按 6.2 规定测得的总氮的质量分数,或按 6.4 测得的钾的质量分数,数值以 % 表示。 w 应与 w_7 测定的控释养分一致。

6.7.4.3 控释肥料的 28 d 累积养分释放率和部分控释肥料的控释养分的 28 d 累积养分释放率 v_{28} ,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$v_{28} = \frac{w_{28}}{w} \times 100 \quad (3)$$

式中:

w_{28} ——按 6.7.3 条 25 °C 下浸提 28 d 测定的氮或钾释放量的质量分数,数值以 % 表示;

w ——按 6.2 规定测得的总氮的质量分数,或按 6.4 测得的钾的质量分数,数值以 % 表示。 w 应与 w_{28} 测定的控释养分一致。

6.7.4.4 养分释放期的累积养分释放率 v_t ,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$v_t = \frac{w_t}{w} \times 100 \quad (4)$$

式中:

t ——标明的养分释放期,单位为天(d);

w_t ——按 6.7.3 条 25 °C 下养分释放期时(或相应的高温模拟条件下)测得的累积的某种控释养分的质量分数,数值以 % 表示;

w ——按 6.2 规定测得的总氮的质量分数,或按 6.4 测得的钾的质量分数,数值以 % 表示。 w 应与 w_t 测定的控释养分一致。

6.8 控释肥料的养分释放期 t ,数值以天(d)表示,按式(5)计算:

$$t = 28 + \frac{(80 \% - v_{28})}{\Delta v_{14 \sim 28}} \quad (5)$$

式中:

v_{28} ——28 d 的累积养分释放率,数值以 % 表示;

$\Delta v_{14\sim 28}$ ——14 d 至 28 d 的平均释放速率的数值,按式(6)计算,单位为%/d。

某一时段内养分的每天的平均释放率,也称为日平均释放率,以 $\Delta v_{n\sim m}$ 表示,按式(6)计算:

$$\Delta v_{n\sim m} = \frac{v_m - v_n}{m - n} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

v_n —— n 天的累积养分释放率,数值以%表示;

v_m —— m 天的累积养分释放率,数值以%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。

6.9 部分控释肥料的养分释放期的计算同 6.8。

6.10 部分控释肥料的控释养分量 w_s ,以质量分数(%)表示,按式(7)计算:

$$w_s = w - w_1 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

w ——根据标识的控释养分种类,按 6.2 或 6.4 规定测得的总氮的质量分数、钾的质量分数或总氮和钾的质量分数之和,数值以%表示;

w_1 ——按 6.7.3.4 测得的氮和钾的释放量,控释养分应与 w 相对应,数值以%表示。

7 检验规则

7.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验。出厂检验项目为表 1 和表 2 中的总养分、水溶性磷占有有效磷的质量分数、水分、粒度、初期养分释放率、控释养分量以及核芯产品的出厂检验项目。型式检验项目为表 1 和表 2 的全部项目和核芯产品的型式检验项目。水分以出厂检验数据为准。型式检验项目在出现下列情况之一,应进行测定:

- 新产品投产时;
- 正式生产时,原料、工艺发生变化;
- 正式生产时,定期或累积到一定量后,每年至少进行一次检验;
- 国家各级质量监督机构提出型式检验的要求时。

7.2 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。

7.3 采样方案

7.3.1 袋装产品

不超过 512 袋时,按表 3 确定最少采样袋数;超过 512 袋时,按式(8)计算结果确定最少采样袋数,计算结果如遇小数,则进为整数。

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

n ——最少采样袋数;

N ——每批产品总袋数。

按表 3 或式(8)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四分之三处,取出不少于 100 g 样品,每批采取总样品量不得少于 2 kg。部分控释肥料和控释掺混肥料按 GB 21633 的规定采样。

表 3 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		

7.3.2 箱装产品

按表 3 确定最少采样箱数,每箱中随机抽取两包,用适当器具取出不少于 100 g 样品。

7.3.3 散装产品

按 GB/T 6679 规定进行。

7.4 样品缩分和试样制备

7.4.1 样品缩分

按 GB 21633 中样品缩分的步骤处理所采取的样品,分装于两个洁净、干燥的 500 mL 聚乙烯瓶或具有磨口塞的广口瓶中(生产企业也可用洁净干燥的塑料自封袋盛装样品),密封后贴上标签,标签上应注明生产企业名称、产品名称、等级(如有)、批号或生产日期、批量、采样日期、采样人姓名,一瓶作产品质量分析,另一瓶的保存期限应至少超过养分释放期两个月。

7.4.2 试样制备

由 7.4.1 条中所取一瓶 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 1.00 mm 孔径筛(若难通过,用 2.00 mm 孔径筛),混合均匀,置于洁净、干燥瓶中,作总养分、游离水测定。余下实验室样品供养分释放率、粒度测定。

7.5 结果判定

7.5.1 本标准中产品质量指标合格判断,采用 GB/T 8170 2008 中的“修约值比较法”。

7.5.2 型式检验项目中任何一项不符合要求,整批产品为不合格。

7.5.3 生产企业出厂检验时:出厂检验项目全部符合要求时,判该批产品合格;如果有一项指标不符合本标准的要求,应重新自二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标准要求时,则整批产品为不合格;如果有两项及两项以上指标不符合本标准的要求,判该批产品不合格。

7.5.4 第三方检验时第 7 天、第 28 天和标明释放期的累积养分释放率(实测或模拟结果)任何一项不符合标准中的规定或质量证明书和包装袋上的标明值即判定产品不合格。

7.5.5 每批经检验合格的出厂产品应附有质量证明书,包括:生产企业名称、地址,产品名称、批号或生产日期,净含量,总养分含量,配合式,控释养分种类,养分释放期,第 7 天、第 28 天和标明释放期的累积养分释放率(应以确定数值标明),模拟养分释放期实验的温度(100 ℃或 60 ℃),模拟试验养分释放率达到 80 %所需要的时间和本标准号。客户有需要时,应提供肥料养分释放曲线。

8 标识

8.1 产品名称应是已有国家标准或行业标准的核芯肥料名称前加上“控释”字样。

8.2 应在包装袋上标明总养分含量、配合式、养分释放期、控释养分种类、第 7 天、第 28 天和标明释放

期的累积养分释放率(应以确定数值标明),模拟养分释放期的温度(100℃或60℃)和模拟试验累积养分释放率达到80%所需要的时间,北方地区和越冬作物宜标注15℃的养分释放期。实行生产许可证管理的产品应标注生产许可证号。

8.3 产品使用说明应印刷在包装袋背面,其内容包括:产品名称、施用方法、主要适用作物和区域、贮存与注意事项等。

8.4 包装容器上标有控释字样的部分控释肥料应标明控释养分的种类和相应的控释养分量。其余标识与8.2、8.3的要求相同。

8.5 每袋净含量应标明单一数值,如50 kg。

8.6 其余应执行GB 18382中的规定。

9 包装、运输和贮存

9.1 50 kg、40 kg、25 kg、10 kg、5 kg规格的产品包装材料应按GB 8569中对复混肥料产品的规定进行。1000 g、500 g、250 g和100 g规格的产品可采用外包装为纸箱,内包装为塑料袋的组合包装,允许的短缺量为净含量的1%,平均每袋(箱或盒)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。

9.2 在标明的每袋(箱或盒)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。

9.3 宜使用经济实用型包装。

9.4 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)

累积养分释放率的快速测定 电导率法

A.1 范围

本方法仅适用于控释复混肥料(复合肥料)、控释掺混肥料或控释钾肥。

本方法不适用于控释尿素产品。

A.2 试验方法

A.2.1 标准系列浓度的配制

准确称取粉碎过的试料 10.00 g 放入 100 mL 的小烧杯中,用少量水溶解,过滤于 500 mL 的容量瓶中,反复冲洗 5~6 次后定容。分别从中吸取 0、10 mL、20 mL、40 mL、60 mL、80 mL、100 mL、120 mL 溶液定容于 250 mL 的容量瓶中,用电导率仪测定电导值后与标准系列中的总养分浓度值做标准曲线,或做出线性回归方程。

A.2.2 浸提液养分浓度的测定

在与做标准曲线相同的试验条件下测定浸提液的电导值,从标准曲线中查出或用线性回归方程计算出浸提液中的养分浓度,参照 6.7.4 计算累积养分释放率。对于控释复混肥料(复合肥料)、控释掺混肥料,6.7.4 计算公式中的 w 、 w_1 、 w_7 、 w_{28} 、 w_t 是指各相应浸提液所测得的氮、磷、钾总养分的质量分数,数值以%表示。

附 录 B
(规范性附录)

氮的释放率的快速测定 分光光度法

B.1 范围

本方法适用于控释尿素产品或仅含尿素态氮的控释复混肥料(复合肥料)、控释掺混肥料产品。

B.2 方法提要

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。

B.3 试剂

B.3.1 尿素标准溶液:准确称取尿素国家标准样品 1.0719 g,溶于 1 L 容量瓶中。此溶液每毫升含 0.5 mg 尿素态氮;

B.3.2 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,储于棕色瓶中,避光保存。

B.4 测定

做两份试料的平行测定。

B.4.1 标准曲线的绘制

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

B.1 尿素标准溶液加入量

尿素标准溶液的体积/mL	0	5.00	10.00	15.00	20.00	25.00
对应的尿素态氮的质量/mg	0	2.50	5.00	7.50	10.00	12.50

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 对二氨基苯甲醛溶液,用水稀释至刻度,充分摇匀后静置 10 min,在波长 430 nm 处,以尿素态氮含量为零的溶液为参比溶液,测定各溶液吸光度。以 100 mL 标准比色溶液中的尿素态氮的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线,或做出线性回归方程。

B.4.2 测定

在与绘制标准曲线相同的试验条件下测定浸提液的吸光度值,从标准曲线上查出或用线性回归方程计算出浸提液中的尿素态氮的质量,参照 6.7.4 计算累积养分释放率。

中华人民共和国
化工行业标准
控释肥料

HG/T 4215—2011

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张34 字数23千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1059

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：12.00元

版权所有 违者必究