

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—2015

含腐植酸尿素

Humic acid urea

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2015-04-06）

2015 – XX – XX 发布

2015 – XX – XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准根据GB/T 1.1 《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》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/TC 105）归口。

本标准起草单位：国家化肥质量监督检测中心（上海）、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、瑞星集团股份有限公司、河南心连心化肥有限公司、中盐安徽红四方股份有限公司、北京五弦维爱科技发展有限公司、青岛海力源生物科技有限公司、辽宁普天天科技有限公司

本标准主要起草人：

本标准为首次发布。

含腐植酸尿素

1 范围

本标准规定了含腐植酸尿素的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输与贮存。

本标准适用于将以腐植酸为主要原料生产的腐植酸增效液添加到尿素生产工艺中,通过尿素造粒工艺技术制成的含腐植酸尿素。

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 2440- 尿素 (新国标)

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:缩二脲的测定 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 2441.6 尿素的测定方法 第6部分:水不溶物含量 重量法

GB/T 2441.7 尿素的测定方法 第7部分:粒度 筛分法

GB/T 2441.9 尿素的测定方法 第9部分:亚甲基二脲含量 分光光度法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 8569 固体化学肥料包装

GB/T 9969 工业产品使用说明书

GB 18382 肥料标识、内容和要求

化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

国家质量监督检验检疫总局令[2005]第75号《定量包装商品计量监督管理办法》

3 术语和定义

3.1 含腐植酸尿素

将以腐植酸为主要原料制备的腐植酸增效液,添加到尿素生产工艺中,通过尿素造粒工艺技术制成的一类尿素产品,与常规尿素相比,具有降低氨挥发损失的效果。

3.2 氨挥发抑制率

在脲酶和氧化镁的作用下,尿素分解释放出的氨被硼酸溶液吸收,用硫酸标准溶液进行滴定,可测定挥发出的氮量,等氮量的含腐植酸尿素与尿素挥发氮量的差值与后者的比值。

4 要求

4.1 外观

天然色颗粒状、无机械杂质。

4.2 技术指标

含腐植酸尿素的要求应符合表 1 的规定。

表1 含腐植酸尿素的要求

指 标 名 称		指 标 值
总氮的质量分数, %		≥ 45.0
腐植酸的质量分数, %		≥ 0.12
氨挥发抑制率, %		≥ 5
缩二脲的质量分数, %		≤ 1.5
水分的质量分数, %		≤ 1.0
亚甲基二脲 ^a (以 HCHO 计)的质量分数, %		≤ 0.6
粒度的质量分数 ^b , %	$d(0.85\text{mm} - 2.80\text{mm})$	≥
	$d(2.00\text{mm} - 4.75\text{mm})$	≥
^a 若尿素生产工艺中不加甲醛, 可不做亚甲基二脲含量的测定。		
^b 指标中的粒度项只需符合二档中的任一档即可, 包装标识中应注明。		

5 试验方法

本部分所用的试剂和水, 在没有注明其它要求时, 指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、制剂和制品, 在没有注明其它规定时, 按 HG/T 2843 的规定制备。

5.1 外观

目视法测定。

5.2 总氮含量测定

按照GB/T 2441.1的规定执行。

5.3 腐植酸含量的测定

5.3.1 方法提要

试样中的腐植酸可在强酸性条件下, 被重铬酸钾氧化为二氧化碳, 剩余的重铬酸钾可用硫酸亚铁标准滴定溶液滴定, 同时做空白, 并以普通尿素为对照, 根据消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液用量可计算出含腐植酸尿素中腐植酸的含量。

5.3.2 试剂和溶液

5.3.2.1 硫酸;

5.3.2.2 邻菲罗啉指示剂: 称取 1.485g 邻菲罗啉 ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 及 0.695g 硫酸亚铁 ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 溶于 100 mL 水, 贮于棕色瓶中。

5.3.2.3 重铬酸钾溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.8\text{mol/L}$;

称取重铬酸钾 39.23g, 溶于 800mL 水中, 定容稀释至 1L, 贮于试剂瓶中备用。

5.3.2.4 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.02500\text{mol/L}$;

称取 1.226g 经 130℃干燥 4h 的 $K_2Cr_2O_7$ 于 1L 烧杯中,加 300mL 水溶解,在搅拌下加入 500mL 浓 H_2SO_4 ,冷却后定量转入 1000mL 容量瓶中,定容,摇匀,备用。

5.3.2.5 硫酸亚铁标准滴定溶液: $c(1/2FeSO_4)=0.04000mol/L$;

称取 56.0g 硫酸亚铁 ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$),溶于 500mL 水中,缓慢加入 50mL 硫酸,用水稀释至 1L,摇匀后贮于棕色瓶中,得到 $c(1/2FeSO_4)=0.4000mol/L$ 的硫酸亚铁滴定溶液储备液,将该储备液稀释 10 倍后,得到 $c(1/2FeSO_4)=0.04000mol/L$ 的硫酸亚铁标准滴定溶液,该溶液易氧化,每次使用时应用 $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.025mol \cdot L^{-1}$ 的重铬酸钾标准滴定溶液标定。

硫酸亚铁标准滴定溶液的标定:准确量取 20mL 重铬酸钾标准溶液 (4.7.2.4) 至 250mL 三角瓶中,加入 4 滴邻菲罗啉指示剂,用硫酸亚铁标准溶液滴定至砖红色为终点,记录消耗硫酸亚铁溶液的体积 V 。

具体按式 (1) 计算:

$$c_2 = \frac{c_1 V_1}{V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_2 ——硫酸亚铁标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升 (mol/L);

c_1 ——重铬酸钾标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升 (mol/L);

V_1 ——吸取重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升 (mL);

V_2 ——滴定时消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升 (mL)。

5.3.3 仪器

常用实验室仪器。

5.3.4 分析步骤

将试样粉碎至全部通过 0.3mm 孔径试样筛,称取试样 (0.5000~1.0000) g 于 250mL 三角瓶中,准确加入 5mL 重铬酸钾溶液 (5.3.2.3),沿三角瓶壁缓慢加入 10mL~15mL 浓硫酸,避免溅出,摇匀,在沸水浴中加热氧化 30min,加热期间可摇匀 2~3 次,加热完毕后取出,冷却至室温。用水稀释至 100mL 左右,加入 4 滴邻菲罗啉指示剂 (5.3.2.2),用硫酸亚铁标准滴定溶液 (5.3.2.5) 滴定至砖红色为终点,消耗硫酸亚铁标准滴定溶液体积记为 V_2 。同时做空白,消耗的硫酸亚铁标准溶液体积记为 V_0 ,并以普通尿素为对照,操作步骤与试样相同,消耗硫酸亚铁标准溶液体积记为 V_1 。

5.3.5 分析结果的表述

5.3.5.1 含腐植酸尿素与普通尿素对照的测定值

以质量分数表示含腐植酸尿素中腐植酸的测定值 w_1 和普通尿素对照的测定值 w_2 ,数值以%表示,按式 (2) 和 (3) 计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_2) \times c \times 0.003}{m} \times 1.724 \times 1.3 \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

$$w_2 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 0.003}{m_1} \times 1.724 \times 1.3 \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V_0 ——空白试验时,消耗的硫酸亚铁标准溶液的体积,单位为毫升 (mL);

V_1 ——普通尿素对照试验时,消耗的硫酸亚铁标准溶液的体积,单位为毫升 (mL);

V_2 ——测试试样时，消耗的硫酸亚铁标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——硫酸亚铁标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

0.003——1/4 碳的毫摩尔质量，单位为克每毫摩尔（g/mmol）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

m_1 ——普通尿素的质量，单位为克（g）；

1.724——有机碳换算为有机质的系数；

1.3 ——氧化校正系数。

取平行测定结果的算术平均值，结果保留 2 位有效数字。

5.3.5.2 含腐植酸尿素中腐植酸含量结果计算

以质量分数表示含腐植酸尿素中腐植酸的含量，数值以%表示，按式（4）计算：

$$w = w_1 - w_2 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：

w ——含腐植酸尿素中的腐植酸含量，单位为%；

w_1 ——含腐植酸尿素中腐植酸的测定值，单位为%；

w_2 ——普通尿素对照的测定值，单位为%。

5.4 氨挥发抑制率的测定

5.4.1 原理

含腐植酸尿素在尿素酶的作用下水解为铵态氮，在氧化镁存在的条件下，含腐植酸尿素中的酰胺态氮水解产生的铵态氮会转化为氨释放出来，用硼酸溶液吸收释放出的氨，再用一定浓度的硫酸溶液滴定释放出的氨，以普通尿素为对照，根据氨挥发氮量计算出氨挥发抑制率。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 尿素酶溶液

称取 0.100g 尿素酶(活力 ~1U/mg)，加 1mL 水，用研钵研磨至糊状，全部转移至 100mL 容量瓶中，摇匀，储存于 4℃冰箱中，备用；

5.4.2.2 氧化镁悬浮液：30g/L；

5.4.2.3 硼酸溶液：2%；

5.4.2.4 混合指示剂：溶解 0.099g 溴甲酚绿和 0.066g 甲基红于 100mL 乙醇（95%）中；

5.4.2.5 硫酸标准滴定溶液： $c(1/2H_2SO_4) = 0.02 \text{ mol/L}$ ；

5.4.2.6 碱性甘油：向 100mL 甘油中加入 1g 氢氧化钠，搅拌均匀后使用；

5.4.2.7 尿素。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 一般实验室仪器；

5.4.3.2 扩散皿；

5.4.3.3 恒温箱。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 试样的制备

用研钵将样品研磨至全部通过 0.5mm 孔径筛，混合均匀，置于洁净、干燥容器中。

5.4.4.2 试样溶液的制备

准确称取试样 1g（精确至 0.0002 g）于烧杯中，加 100mL 溶解试样，全部转移至 500mL 容量瓶中，定容，摇匀，备用。

5.4.4.3 培养

吸取 5mL 试样溶液的上清液于扩散皿外室，吸取 2mL 硼酸溶液（5.4.2.3）于扩散皿内室，并滴加 2 滴混合指示剂（5.4.2.4），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 2mL 尿素酶溶液（5.4.2.1），立即盖严，随后将扩散皿置于 25±1℃ 恒温箱中，培养 30min。

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 5mL 氧化镁悬浮液（5.4.2.2），立即盖严，并用橡皮筋固定。随后将扩散皿置于 40±2℃ 恒温箱中，继续培养 60min，取出，移去毛玻璃。用硫酸标准滴定溶液（5.4.2.5）滴定内室硼酸溶液吸收的 NH₃。溶液由蓝绿色变为微红色为滴定终点，消耗的硫酸标准滴定溶液的体积为 V。同时，做空白试验，消耗硫酸标准滴定溶液的体积为 V₀，以普通尿素为对照，消耗硫酸标准滴定溶液的体积为 V₁。

5.4.5 分析结果的表述

5.4.5.1 硼酸溶液吸收的氨挥发氮量计算

硼酸溶液吸收氮挥发氮量（以 N 计）X，按式（4）计算：

$$X = c \times (V - V_0) \times 0.014 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

X——硼酸吸收氨态氮的量，单位为克（g）；

c——硫酸(1/2H₂SO₄)标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V——样品滴定时消耗的硫酸标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V₀——空白滴定时消耗的硫酸标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

0.014——氮的毫摩尔质量，单位为克每毫摩尔（g/mmol）。

5.4.5.2 氨挥发抑制率

氨挥发抑制率 f，单位%，按式（6）计算：

$$f = \frac{\frac{X_1}{m_1 \times w_1} - \frac{X_2}{m_2 \times w_2}}{\frac{X_1}{m_1 \times w_1}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

X₁——尿素氨挥发氮量，单位为克（g）；

X₂——含腐植酸尿素氨挥发氮量，单位为克（g）；

w₁——尿素含氮量，单位为%；

w_2 ——含腐植酸尿素含氮量，单位为%；
 m_1 ——尿素称样量，单位为克（g）；
 m_2 ——含腐植酸尿素称样量，单位为克（g）。

5.5 缩二脲的测定

按GB/T 2441.2的规定执行。

5.6 水分的测定

按GB/T 2441.3的规定执行。

5.7 亚甲基二脲的测定

按 GB/T 2441.9 的规定执行。

5.8 粒度的测定

按GB/T 2441.7的规定执行。

6 检验规则

- 6.1 本标准中指标合格判定按 GB/T 8170-2008 中 4.3.3 进行。
- 6.2 产品应由生产企业的质量检验部门进行检验，生产企业应保证每批出厂的产品都符合本标准要求，每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书，证明书包括下列内容：生产企业名称、生产企业地址、产品名称、商标、产品等级、粒度、批号或生产日期、产品净含量和本标准编号。
- 6.3 使用单位有权按照本标准规定对所收到的产品进行质量检验，核验其指标是否符合本标准的要求。
- 6.4 产品按批检验，以一班或一天的产量为一批，最大批量不超过 1500t。用户把附有质量证明书或收到的产品作为一批。
- 6.5 袋装产品，总的包装袋数小于 512 时，按表 2 确定取样袋数；大于 512 时，按式（7）计算结果确定采样袋数，如遇小数，则进为整数。

表2 采样袋数的确定

总的包装袋数	选取的最少取样袋数	总的包装袋数	选取的最少取样袋数
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		

采样袋数=3× $\sqrt[3]{N}$

.....

(7)

式中：N-每批产品的总袋数。

按表 2 或式（7）计算结果，随机抽取采样袋数，用采样器从每袋最长对角线插入取样器至袋 3/4 处采取不少于 100g 样品，每批采取样品量不得少于 2kg。

6.6 将采取的样品迅速用缩分器或四等分法，缩分为（600～1200）g 的平均试样，分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的广口瓶或聚乙烯瓶中密封，贴上标签，注明：生产企业名称、产品名称、批号、粒径范围、取样日期和采样人姓名。一瓶作产品质量分析，一瓶保存二个月，以备查用。

6.7 如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍数量的采取袋中采取样品进行复验。复验的结果，只要有一项指标不符合本标准要求，则整批产品不能验收。

6.8 当供需双方对产品质量发生异议时，应按《产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法》关规定进行。

7 标志、使用说明书

7.1 本产品包装袋上应印有牢固、明显的标志，并注明肥料名称、商标、等级、净含量、总氮含量、腐植酸含量、氮挥发抑制率、粒度、生产企业名称、生产企业地址、生产日期或批号、警示说明、本标准编号和 GB 2440-2001（**尿素新国标**），其余执行 GB 18382 的有关规定。

7.2 本产品使用说明书的内容包括使用说明及注意事项，并且其编写应符合 GB/T 9969 的要求。

8 包装、运输和贮存

8.1 本产品用内衬聚乙烯薄膜袋的编织袋包装或复合塑料编织袋包装，应符合 GB 8569 中的有关规定。每袋净含量 $50\text{kg}\pm 0.5\text{kg}$ 、 $40\text{kg}\pm 0.4\text{kg}$ ，每批平均每袋净含量不得低于 50.0kg、40.0kg 或净含量有其他要求时，应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。

8.2 本产品可用汽车、火车、轮船等交通工具运输。运输工具和装卸工具应干净、平整、无突出的尖锐物，以免刺穿、刮破包装件。

8.3 本产品应贮存在阴凉、通风、干燥的库房内，包装件应堆放整齐，堆置高度应小于 7m。

8.4 本产品在运输过程中应防雨淋、防破裂、防潮、防晒。