

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

肥料级聚磷酸铵

Fertilizer grade ammonium polyphosphate

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：2019-07）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准的编制依据 GB/T 1.1-2009《标准化工作导论 第1部分：标准的结构和编写》。

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。

本标准负责起草单位：

本标准主要起草人：

本标准为首次发布。

肥料级聚磷酸铵

1 范围

本标准规定了肥料级聚磷酸铵的分类、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。本标准适用于采用化学反应工艺生产的固体或液体肥料级聚磷酸铵。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注明日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191-2008 包装储运图示标志
GB/T 6679 固体化工产品采样总则
GB/T 6680 液体化工产品采样总则
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170-2008 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测定
GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法
GB 18382 肥料标识 内容和要求
GB/T 22924 复混肥料（复合肥料）中缩二脲含量的测定
HG/T 2770 工业聚磷酸铵
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 4133 工业磷酸二氢铵
NY/T 1108 液体肥料包装技术要求
NY/T 1973 水溶肥料 水不溶物含量和 pH 的测定
NY/T 1979 肥料登记标签技术要求

3 术语和定义

3.1

肥料级聚磷酸铵 Fertilizer grade ammonium polyphosphate

采用化学反应工艺生产的固体或液体聚磷酸铵，分子式： $(\text{NH}_4)_{n+2-x}\text{H}_x\text{P}_n\text{O}_{3n+1} \cdot m\text{H}_2\text{O}$ ， n 为 2~10 之间。

3.2

聚合率 Polymerization ratio

聚合物中聚合态组分含量占总含量的比值，即肥料级聚磷酸铵总磷含量减去正磷酸盐磷含量的差

值与前者的比值。

4 产品分类

I 类 固体肥料级聚磷酸铵

II 类 流体肥料级聚磷酸铵

5 要求

5.1 外观

I 类 均匀的白色固体粉末或颗粒，无可见机械杂质。

II 类 均匀流体

5.2 肥料级聚磷酸铵产品质量应符合表 1 要求，同时应符合包装标明值。

表1 肥料级聚磷酸铵的要求

项目	指标	
	I 类	II 类
总养分(N+P ₂ O ₅)含量/%	≥ 59	44
五氧化二磷(P ₂ O ₅)含量/%	≥ 45	33
总氮(N)含量/%	≥ 12	9
聚合率/%	≥ 70	60
水不溶物/%	≤ 0.2	0.1
水(H ₂ O)的质量分数 ^a /%	≤ 3.0	—
缩二脲(C ₂ H ₅ N ₃ O ₂)含量/%	≤ 1.5	1.0
pH 值(10 g/L 水溶液)	5-9	5-9
注： ^a 水（H ₂ O）的质量分数仅对于固体聚磷酸铵作要求。		

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

6.2 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 2843 的规定制备与标定。

6.3 外观判定

在自然光条件下，用目视法判别。

6.4 五氧化二磷含量测定

6.4.1 方法提要

聚磷酸铵试样中的有效磷可加 EDTA 溶液调节 pH=12~12.5 之间煮沸至少 15 分钟来提取，干过滤后，移取一定量的试液，加入一定量的硝酸溶液，在电炉上煮沸至少 10 分钟，使聚合态的磷酸盐全部转化为正磷酸盐。在酸性介质中，加入喹钼柠酮沉淀剂，磷酸根与沉淀剂反应生成磷钼酸喹啉沉淀，通过过滤，烘干，称量，计算出五氧化二磷的含量。

6.4.2 仪器设备

6.4.2.1 玻璃坩埚式过滤器：4 号，30 mL，4~7 μm 。

6.4.2.2 电烘箱：180(± 5) $^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.3 试剂配制

6.4.3.1 硝酸：1+1。

6.4.3.2 喹钼柠酮溶液。

溶液 A：溶解 70 g 钼酸钠与 100 mL 水中；

溶液 B：溶解 60 g 柠檬酸于 100 mL 水中，加 85 mL 硝酸；

溶液 C：在不断搅拌下，将溶液 A 缓慢加入溶液 B 中，混匀；

溶液 D：取 5 mL 喹啉，溶于 35 mL 浓硝酸和 100 mL 的蒸馏水混合液中；

在不断搅拌下，将溶液 D 缓慢加入溶液 C 中，混匀后放置暗处过夜，用滤纸过滤，滤液加入 280 mL 丙酮，用水稀释至 1 L，摇匀，贮于棕色瓶中，放置暗处，避光避热。

6.4.3.3 EDTA 溶液：37.5g/L。

6.4.3.4 氢氧化钠溶液：200g/L。

6.4.4 分析步骤

做两份试料的平行测定。

6.4.4.1 试验溶液的制备

称取含有 0.1~0.2 g(± 0.0002 g)五氧化二磷的试样，置于 250 mL 烧杯中，加入 150 mL EDTA 溶液(6.4.3.3)，用氢氧化钠溶液(6.4.3.4)调节 pH=12~12.5 之间，置于电炉上煮沸至少 15 分钟，取下烧杯，待冷却后转移至 250 mL 容量瓶中，加水定容，混匀后干过滤，弃去最初几毫升滤液，待测。

6.4.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试料外，其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同，并与试样同时进行同样的实际处理。

6.4.4.3 样品测定

用移液管取 25 mL 试样溶液(含 10~20 mg 五氧化二磷)(6.4.4.1)和空白试验溶液，分别置于 250 mL 烧杯中，加 10 mL 硝酸溶液、80 mL 水，盖上表面皿，加热至沸，并持续至少 10 分钟；取下烧杯，加入 35 mL 喹钼柠酮溶液(6.4.2.2)(分 3 次倒入)，搅拌以促进沉淀降解；加热微沸 3~5min 后静置、冷却后，用预先在 180(± 5) $^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的玻璃坩埚式过滤器过滤(倾泻法)；在烧杯中洗涤沉淀 5~6 次，每次用

水 20 mL；最后，将沉淀全部转移至玻璃坩埚式过滤器中，再用水洗涤 3~4 次；在 180(±5)℃ 下，将该过滤器连同沉淀一起干燥 45 分钟，之后取出，置于干燥器中冷却、称量，精确至 0.0002 g。

6.4.5 结果计算

五氧化二磷含量以五氧化二磷(P₂O₅)的质量分数 ω_1 计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.03207}{m_3 \times \frac{25}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 —试样溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量，单位为 g；

m_2 —空白液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量，单位为 g；

m_3 —称取的试料质量，单位为 g；

250—制备样品溶液时容量瓶的体积；

25—测定样品时移取的试样溶液体积；

0.03207—磷钼酸喹啉换算为五氧化二磷的系数；

取平行测定结果的算术平均值作为测定的结果。

6.4.6 允许差

平行测定结果和不同实验室测定结果允许差应符合表 2 要求。

表2 测定结果允许差要求

磷(P ₂ O ₅)的质量分数, %	≤30.00	>30.00
平行测定结果的绝对差值, %	≤0.20	≤0.30
不同实验室测定结果的绝对差值, %	≤0.30	≤0.60

6.5 聚合率的测定

6.5.1 方法提要

聚磷酸铵水溶液中存在正磷酸盐、焦磷酸盐、三聚磷酸盐以及更高聚磷酸盐等多种磷酸盐，试样中这些形式的有效磷可通过加 EDTA 溶液调节 pH=12~12.5 之间煮沸至少 15 分钟来提取，干过滤后，在酸性条件下，聚磷酸铵中的正磷酸盐与钼酸铵、偏钒酸铵反应，形成黄色的配合物 (NH₄)₃O₄·NH₄VO₃·16MO₃(钼黄)，在波长 450 nm 处，用 1.0 cm 吸收池进行光度测定，即可计算正磷酸盐含量；通过硝酸消解将聚合态磷酸盐转化为正磷酸盐，由上述方法即可测总磷含量。在该过程中要控制反应液的酸度，在低温下进行，相关试剂及样品要现配现用，防止聚磷酸铵水解；以总磷减去正磷酸根的含量，得到聚合态磷酸盐含量。

6.5.2 仪器设备

分析天平：精确到 0.0001 g。

低温恒温器：温度能控制在 10 (±2)℃。

分析仪器：分光光度计。

6.5.3 试剂配制

6.5.3.1 硝酸：1+1。

6.5.3.2 钒钼酸铵试剂。

A. 称取 25.0 g 四水钼酸铵溶于 200~300 mL 蒸馏水中。

B. 称取 1.250 g 偏钒酸铵溶于 200 mL 沸水中，冷却后，再缓慢加入 50 mL 浓硝酸，自然冷却至室温。

将 A 液缓慢倒入 B 液中，不断搅拌，最后稀释至 1 L，贮于棕色瓶中。此溶液中含有约 0.8 mol/L HNO_3 。

6.5.3.3 1000 mg/L(P_2O_5)标准溶液。

称取在 105℃下干燥至恒重的优级纯磷酸二氢钾(99.9%)1.9195 g(± 0.0002 g)，移入 250 mL 烧杯内，加 100 mL 去离子水搅拌溶解，溶解后用水转移至 1000 mL 容量瓶，定容。

6.5.3.4 100 mg/L(P_2O_5)标准溶液。

取 1000 mg/L (P_2O_5)标准溶液 25 mL 移入 250 mL 容量瓶中，加水定容。

6.5.3.5 1+1 氨水溶液。

将 25~28%分析纯的氨水按 1+1 体积比加水，混匀。

6.5.3.6 1%氨水溶液。

准确移取 1 mL 25~28%分析纯的氨水于 100 mL 容量瓶中，加水定容，摇匀。

6.5.4 检测方法

做两份试料的平行测定。

6.5.4.1 试样溶液制备

同 (6.4.4.1)。

6.5.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外，其他要加入的试剂量及种类与试验溶液的制备完全相同；并要与试样同时进行同样的实际处理。

6.5.4.3 标准曲线绘制

分别取 0.00、5.00、10.00、15.00、20.00、25.00 mL 的 100 mg/L(P_2O_5)一系列标准溶液，分别移入六个 50 mL 容量瓶中，加入 3 滴 1%氨水溶液 (6.6.3.5)，加冷水($10 \pm 2^\circ\text{C}$)至约 35 mL，再加入 10.0 mL 钒钼酸铵试剂(6.6.3.1)，用冷水($10 \pm 2^\circ\text{C}$)定容，放置于低温恒温箱中，在 $10(\pm 2)^\circ\text{C}$ 显色 15 分钟后，在 24 小时内用不含 P_2O_5 的溶液作为参比溶液，在波长 450 nm 下，用分光光度计测定一系列标准显色液的吸光度(1 cm 吸收池)。

以标准显色液中所含五氧化二磷质量(mg)为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线图，或以最小二乘法对吸光度-质量的数据进行回归计算，得到标准曲线的线性方程。

6.5.4.4 样品测定

准确吸取 5.00 mL 试样溶液 (6.4.4.1)，置于 50 mL 容量瓶中，加入冷水($10 \pm 2^\circ\text{C}$)至约 35 mL，加入 10.0 mL 钒钼酸铵试剂(6.6.3.1)，最后用冷水($10 \pm 2^\circ\text{C}$)定容，放置于低温恒温箱中，在 $10 \pm 2^\circ\text{C}$ 显色

15 分钟后, 在 24 小时内用不含 P_2O_5 的水溶液作为参比液, 在波长 450 nm 下, 用分光光度计测定显色反应后待测液的吸光度(1 cm 吸收池)。

6.5.5 结果计算

根据五氧化二磷的标准曲线图或线性方程计算出被测样品试液的吸光度对应的五氧化二磷质量(mg)。

A. 聚磷酸铵中正磷酸根(P_2O_5)的质量分数 ω_2 , 数值以%表示, 式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{(\rho_2 - \rho_0) \times V \times ts}{m \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_2 —测得正磷酸盐试样显色液中磷的质量浓度值, 单位为 mg/L;

ρ_0 —测得空白试样中磷的质量浓度值, 单位为 mg/L;

V —显色液的体积, 50 mL;

ts —分取倍数, 500 mL/5 mL;

m —试料质量的数值, g。

注: 计算结果保留至小数点后两位; 取平行测定结果的算数平均值为测定结果。

B. 聚磷酸铵聚合率 ω_3 , 以质量分数(%)表示, 按式(3)计算:

$$\omega_3 = \frac{\omega_1 - \omega_2}{\omega_2} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ω_1 —光度法测得聚磷酸铵中总磷(P_2O_5)的质量分数, 单位为%;

ω_2 —光度法测得聚磷酸铵中正磷酸盐(P_2O_5)的质量分数, 单位为%;

计算结果保留至小数点后两位。

6.5.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

6.6 氮含量的测定

按 GB/T 8572 复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法进行氮含量的测定。

6.7 水不溶物的测定

按 NY/T 1973 水溶肥料 水不溶物含量与 pH 的测定中规定方法执行。

6.8 水分 (H_2O) 含量测定

按 GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法进行水分含量的测定。

6.9 缩二脲含量的测定

按 GB/T 22924 复混肥料(复合肥料)中缩二脲含量的测定中规定的分光光度法进行氮含量的测定。

6.10 pH 值的测定

按 HG/T 4133 工业磷酸二氢铵中规定方法执行。

7 检验规则

- 7.1 每批出厂样品应附有质量证明书，其内容按标识规定执行。
- 7.2 产品按批检验，以一次生产为一批，最大批量Ⅰ类固体为 30t，Ⅱ类液体为 120 t。
- 7.3 样品采样按照 GB/T 6679 规定执行。
- 7.4 将所采样品置于洁净、干燥的容器中，混匀后，按四分法缩分至约 200 g，立即装入两个清洁干燥的、带磨口塞的广口瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检测，另一瓶保存 12 个月备查。
- 7.5 公司出厂检验时，如果检验结果有一项或一项以上指标不符合本标准要求，应重新自加倍采样批中采样进行复检，复检结果有一项或者一项以上标准不符合本标准要求，则整批产品不应被验收合格。
- 7.6 产品质量合格判定，采用 GB/T 8170-2008 中修约值比较法。
- 7.7 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的水溶性聚磷酸铵进行验收，验收应在到货之日起的一个工作日之内进行。检验结果有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复检，复检的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。
- 7.8 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时，应按《产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法》的规定执行。

8 标识、标签

包装袋或桶上有牢固、清晰的标志，其内容包括：生产厂名、厂址、联系方式、产品名称、缩二脲含量、聚合率、总养分、配合式或主要养分含量、型号、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191-2008 规定的“怕雨”标志。

9 包装、运输、贮存

- 9.1 固体产品的包装应按 GB/T 8569 的规定进行，液体产品的包装应按 NY/T 1108 的规定进行，根据产品包装规格选择适当的包装材料、容器、形式和方法，以满足产品包装的基本要求。产品包装中应有产品合格证书和使用说明书。
- 9.2 本产品运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、日晒及高温。轻装轻卸，避免包装破损。
- 9.3 本产品应贮存在阴凉、通风、干燥的库房内，不得露天堆放，以防止日晒雨淋，避免不良条件的影响。