

《尿素-硝铵溶液》化工行业标准制定 编制说明（送审稿）

一、标准计划项目来源及背景

1、项目来源

本标准制定任务由中华人民共和国工业和信息化部办公厅2013年第三批行业标准制修订计划下达，项目编号：【2013-1199T-HG】，项目名称：尿素-硝铵溶液，技术归口单位：全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会氮肥分会，起草单位：国家化肥质量监督检验中心（上海）、四川泸天化股份有限公司、河南晋开化工投资控股集团有限责任公司、江苏华昌化工股份有限公司、新疆金圣胡扬化工有限公司、福建永安双华化工有限公司等。本标准为您推荐性行业标准。

2、项目背景

目前，我国农业用氮肥以尿素为主的产品结构不合理，品种太过单一，肥料利用率低。尿素产能已明显供大于求，为此，尿素企业亟需调整产品结构，不断开发氮肥新产品，提升行业的竞争力。

尿素硝铵溶液（UAN）是以尿素生产过程中尾气氨与硝酸中和形成的硝酸铵溶液、尿素溶液及水溶液为原料按比例加工而成的水溶性液体氮肥，或以尿素生产过程中的中间品尿液、硝酸铵生产过程中的中间品硝酸铵溶液为原料，按一定比例混合加工而成的水溶性液体氮肥，是一种稳定、无色、常压的全水溶液体氮肥，氮含量通常为28%-32%，可以根部施肥，也可以叶面喷施。是一种农业水肥一体化重点推广的液体肥料。尿素硝铵溶液中同时含有硝态氮、铵态氮及酰胺态氮，兼有速效肥及缓效肥的功效，且施肥均匀，易被作物吸收，可提高肥料的吸收利用率，比单一施用尿素或硝酸铵有提高肥效的作用，同时降低了硝酸铵的危险性。用尿素生产过程中尾气氨与硝酸中和形成的硝酸铵溶液、尿素溶液，或用不需要蒸发造粒的中间品尿液、中间品硝酸铵溶液为原料，节约能耗。具有节能、节水、增加氮肥利用率的优点。尿素硝铵溶液的pH值一般在5.5-8.0左右，加入防腐剂，储罐及输送管道即可使用普通碳钢，可以采用铁路或公路罐车运输，储存、使用方便。无论是从肥效、节能、减少环境污染，还是从经济效益上看，尿素硝铵溶液均优于固体氮肥，在国内外市场有着广阔的发展前景。

当前，国内市场已大量进口尿素硝铵溶液，农用效果也比较好，国内也有企业开始调整氮肥产业结构，正在生产尿素硝铵溶液。但是，我国目前还没有关于尿素硝铵溶液的行业标准，无法对该类产品质量进行检测监督，无法保证农业安全。因此，有必要制定行业标准以对尿素硝铵溶液的生产和检测进行规范化。

二、国内外产品、标准及质量状况

1、产品发展情况

尿素硝铵溶液的生产始于上世纪70年代的美国，目前已得到广泛使用。2012年全球尿素硝铵溶液的产量超过2000万吨，其中美国占了全球产量的三分之二，达到1360万吨，法国200万吨，其它如加拿大、德国、白俄罗斯、阿根廷、英国、澳大利亚等国的产量达100万吨。我国是氮肥生产大国，但尿素硝铵溶液的生产基本是空白。在国际市场上一般有3个等级的尿素硝铵溶液销售，即含N 28%、30% 和32%。不同含量对应不同的盐析温度，适合在不同温度地区销售。含N 28%的盐析温度为-18℃，含N 30%的盐析温度为-10℃，含N 32%的盐析温度为-2℃。在尿素硝铵溶液中，通常硝态氮含量在6.5%~7.5%，铵态氮含量在6.5%~7.5%，酰胺态氮含量在14%~17%。

尿素硝铵溶液（UAN）是欧美国家农业市场用得较好的新型液体肥料，目前，美国UAN的用量占到总氮肥用量的33.58%，在欧洲各国机械化农业更广泛地采用此肥，而在缺水的国家，更是全力推广此肥，既可增效，也可减少灌溉用水。我国是农业大国，氮肥的使用量在年年增加，随着中国水肥一体化、规模化农业的发展。预计将来我国UAN的用量会占到氮肥总量的5%-10%。可见，发展尿素硝铵溶液是氮肥企业发展本身的需要，是农业发展的需要，是节能环保的需要。因此，我们有必要开展UAN液体肥料的研究。

欧洲肥料法规中UAN的要求：

26% N（以总氮表示），尿素态氮约占总氮的一半，缩二脲 $\leq 0.5\%$ 。

需要标明：总氮、硝态氮、氨态氮和尿素态氮，若缩二脲 $\leq 0.2\%$ ，可标明“缩二脲含量低”

美国AAPFCO官方出版物第67版中UAN定义：Urea Ammonium nitrate solution(UAN-x) 由硝酸铵、尿素和水混合而成的液体肥料，以x表示氮的标明量，典型产品的总氮含量为28%~32%。

2、国外标准情况

美国目前已在特立尼达和多巴哥建成与大型合成氨、尿素、硝酸铵厂配套的UAN溶液厂，规模为日产4300吨UAN-32，并向美国本土供货。其他国家如俄罗斯、阿根廷等国近年亦有大型的UAN溶液厂建成投产。从美国液体氮肥使用的情况看，从上世纪70年代到2007年，该国液氨使用量占氮肥总量的比例从48.8%下降到29.3%；而UAN溶液的比例则从24.9%上升到34%。其中最大生产公司为CF industry，而且每年出口达到100万吨。中远化肥公司从2011年开始每年从该厂进口800吨左右，而且逐年增加，预计2013年将超过2000吨，法国、澳大利亚、加拿大、墨西哥等都是使用UAN液体肥料较多的国家，以色列更是通过水肥一体化等灌溉系统使用水溶肥，几乎90%以上肥料都是采用液体。随着水肥一体化技术的广泛开展，为世界农业带来不可估算的效益。

我国对UAN的认识是从近几年才开始初步开展研究工作，主要的生产厂家新疆新化，广西玉田化工有限公司，都是处于试生产阶段。生产能力都是间隙式生产，中远化肥公司从2010年开始从俄罗斯进口UAN，2011年销售8000吨，预计2015年，销售能突破10000吨；河南晋开集团自2012年开始试生产并出口尿素硝铵溶液，2013年建成年产20万吨的生产装置，目前已出口约6万吨。UAN在我国将会成为一个快速成长的新型化肥品种，受益于水肥一体化项目的推广和土壤污染的治理，UAN水溶性肥料未来成长空间十分广阔。全国9亿亩灌溉面积中约有4.8亿亩耕地适合发展水肥一体化，UAN溶液肥料的需求将达到数百万吨乃至上千万吨。

俄罗斯和美国尿素硝铵溶液的氮含量都在 28%-32 %之间，且对尿素、硝铵、水分的含量作了规定。经查该标准没有国家标准和行业标准，本项目将以上述两个国家的尿素硝铵溶液产品标准和国内尿素和硝铵行业标准作为参考，其中对尿素的相关要求来自于尿素行业标准，硝铵产品要求来自于硝铵行业标准，并结合国内尿素及硝铵产品特性、生产技术、运输条件、农业种植结构、市场需求等综合因素制定国内行业标准。

三、 标准制定工作简况

在工业和信息化部下达了《尿素硝铵溶液》制定起草任务后，国家化肥质量监督检验中心（上海）、四川泸天化股份有限公司、河南晋开化工投资控股集团有限责任公司、江苏华昌化工股份有限公司、新疆金圣胡杨化工有限公司、福建永安双华化工有限公司等共同成立了标准起草小组，开展了资料收集、市场调研、确定生产设备、工艺参数、检测方法，包装设计、制定储存、运输方案等。在此工作的基础上，开展了产品配制试验工作，制定尿素硝铵溶液化工行业标准征求意见稿。2014年9月尿素硝铵溶液征求意见后，充分考虑了专家提出的意见，对氮的检测方法再次进行实验验证，制定尿素硝铵溶液化工行业标准征求送审稿。

四、 标准制定的原则

- 1、本标准的编制依据GB/T 1《标准化工作导则》规定执行；
- 2、具有科学性和可操作性并结合我国行业发展现状；
- 3、积极与国外标准、法规和检测方法接轨。

五、 标准的主要内容

1、名称

尿素硝铵溶液（Urea ammonium nitrate solution），简称UAN溶液，国外也称为氮溶液（N solution），是由尿素、硝铵和水配制而成。

2、范围

本标准规定了尿素硝铵溶液的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输、贮存。

本标准适用于以尿素溶液和硝酸铵溶液为原料生产的尿素硝铵溶液，产品作为无土栽培、滴灌、叶面喷施、冲施、底施肥料等应用于农业生产。

3、规范性引用文件

本标准引用的文件均为现行国家标准，化工、农业行业标准；部分技术指标参照了美国尿素硝铵溶液产品标准和俄罗斯尿素硝铵溶液产品标准。

4 要求

4.1 配方方案选择

美国CF、俄罗斯（Аkpoh）的尿素硝铵溶液产品均为三种配方：UAN-28（总氮 $\geq 28.0\%$ ）、UAN-30（总氮 $\geq 30.0\%$ ）、UAN-32（总氮 $\geq 32.0\%$ ）。本标准也确定为UAN-28、UAN-30、UAN-32三种配方。

前期研发时，采用固体尿素和硝酸铵进行试制。

后期研发时，采用尿液与硝酸铵溶液直接配制，省去蒸发、造粒过程，减少蒸汽消耗和废水排放，达到节能、环保，降低产品中对作物有害的缩二脲含量，提高产品品质。

4.2 原料及产品分析

4.2.1 原料分析

尿素硝铵溶液生产主要原料有固体硝酸铵、固体尿素或尿液，原料分析数据见表1。

表1 硝酸铵、尿素分析数据

尿 素	批号	141091(1-6)	141092(1-6)	141122(1-6)	141111(1-6)	141121(1-6)
	总氮(N)的质量分数, %	46.56	46.57	46.58	46.57	46.56
	pH值(10%水溶液)	9.38	9.31	9.29	9.00	9.50
	水不溶物的质量分数, %	0.0009	0.0010	未检出	0.0012	0.0015
	缩二脲的质量分数, %	0.86	0.80	0.91	0.86	0.94
	游离氨(NH ₃), %	0.009	0.009	0.009	0.008	0.010
尿 液	日期	2014.1.15	2014.2.12	2014.3.16	2014.4.14	2014.5.15
	缩二脲的质量分数, %	0.40	0.37	0.35	0.34	0.35
	pH值(10%水溶液)	9.41	9.37	9.20	9.03	9.52
	游离氨(NH ₃), %	0.076	0.070	0.079	0.079	0.082
硝 铵	批号	201402181	201403152	201404113	201404281	201405202
	总氮(N)的质量分数, %	34.52	34.72	34.74	34.61	34.59
	硝态氮(N)的质量分数, %	17.35	17.43	17.31	17.40	17.38
	pH值(10%水溶液)	5.49	6.10	5.19	4.60	5.81
	水不溶物的质量分数, %	0.002	0.003	0.001	0.003	0.002
	游离氨(NH ₃), %	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出

4.2.2 产品分析

4.2.2.1 采用固体硝酸铵、固体尿素或尿液配制尿素硝铵溶液（UAN-28），各批次产品数据见表2。

表2 尿素硝铵溶液产品检验数据（UAN-28）

生产日期	总氮%	硝态氮, %	氨态氮, %	酰胺态氮, %	缩二脲, %	pH	水不溶物, %	密度, g/cm ³	游离氨(NH ₃), %	备注
2013.09.11	28.14	7.15	7.19	13.80	0.32	6.24	0.0061	1.265	0.0042	尿素配制
2014.05.15	28.07	6.92	6.97	14.18	0.28	5.65	0.0084	1.268	0.0051	尿素配制
2014.05.19	28.06	6.95	6.92	14.19	0.28	6.23	0.0089	1.268	0.0046	尿素配制
2014.05.21	28.20	6.88	6.92	14.40	0.16	6.86	0.0163	1.269	0.0377	尿液配制
2014.05.21	28.10	6.85	6.89	14.36	0.16	6.86	0.0024	1.269	0.0320	尿液配制

4.2.2.2 采用固体硝酸铵、固体尿素或尿液配制尿素硝铵溶液（UAN-30），各批次产品数据见表3。

表3 尿素硝铵溶液产品检验数据 (UAN-30)

生产日期	总氮%	硝态氮, %	氨态氮, %	酰胺态氮, %	缩二脲, %	pH	水不溶物, %	密度, g/cm ³	游离氨 (NH ₃), %	备注
2013.09.12	30.27	7.15	7.16	15.96	0.43	7.65	0.0133	1.296	0.0085	尿素配制
2014.02.27	30.08	7.69	7.75	14.64	0.32	5.59	0.0171	1.297	0.0126	尿素配制
2014.05.19	30.07	7.52	7.48	15.07	0.38	6.54	0.0032	1.298	0.0128	尿素配制
2014.05.20	30.05	7.44	7.48	15.13	0.20	6.81	0.0193	1.300	0.0377	尿液配制
2014.05.21	30.30	7.44	7.48	15.38	0.14	6.88	0.0041	1.301	0.0356	尿液配制

4.2.2.3 采用固体硝酸铵、固体尿素或尿液配制尿素硝铵溶液 (UAN-32), 各批次产品数据见表4。

表4 尿素硝铵溶液产品检验数据 (UAN-32)

生产日期	总氮%	硝态氮, %	氨态氮, %	酰胺态氮, %	缩二脲, %	pH	水不溶物, %	密度, g/cm ³	游离氨 (NH ₃), %	备注
2013.09.11	32.13	7.87	7.88	16.38	0.42	7.92	0.0075	1.319	0.0098	尿素配制
2013.09.11	32.30	8.15	8.21	15.94	0.41	7.17	0.0121	1.317	0.0052	尿素配制
2014.05.15	32.07	7.44	7.46	17.17	0.38	7.92	0.0063	1.318	0.0096	尿素配制
2014.05.19	32.01	7.78	7.78	16.45	0.20	7.14	0.0156	1.321	0.0493	尿液配制
2014.05.21	32.03	7.79	7.82	16.42	0.15	6.91	0.0084	1.319	0.0337	尿液配制

4.2.3 尿素硝铵溶液技术指标的确定

4.2.3.1 外观、总氮、硝酸铵、尿素、游离氨的指标确定

本标准外观、总氮、铵态氮、硝态氮、酰胺态氮、游离氨的指标与美国 CF 指标一致, 美国 CF 标准硝态氮是以硝酸铵计、酰胺态氮以尿素计, 本标准硝态氮、酰胺态氮都是以氮计。指标数据见表5。

表5 本标准与美国 CF 标准技术指标对照

美国 CF				本标准			
产品规格	UAN-28	UAN-30	UAN-32	产品规格	UAN-28	UAN-30	UAN-32
物理外观	无色, 浅褐色无沉淀			外观	无色或浅色液体		
总氮, % ≥	28.0	30.0	32.0	总氮 (N) 的质量分数, % ≥	28.0	30.0	32.0
硝酸铵含量, %	36~42	38~45	41~48	硝态氮 (N) 的质量分数, % ≥	6.3~7.4	6.7~7.9	7.2~8.4
尿素含量, %	29~33	30.5~35.6	32.6~38	酰胺态氮 (N) 的质量分数, % ≥	13.5~15.4	14.2~16.6	15.6~17.7
碱性条件下游离氨, % ≤	0.05	0.05	0.05	游离氨 (NH ₃), % ≤	0.05	0.05	0.05

4.2.3.2 缩二脲的指标确定

美国 CF、俄罗斯 (Akpoh) 都无缩二脲指标, 而 GB2440《尿素》标准规定“缩二脲≤0.9%”。尿素的缩二脲在 0.80%~0.94% (见表1) 范围, 尿液的缩二脲在 0.34%~0.40% (见表1), 用尿

液配制的尿素硝铵溶液的缩二脲在 0.15%~0.20%（见表 2、见表 3、见表 4）范围。用尿液和硝酸铵溶液配制 UAN 时，尿液的温度一般在 90~95℃，尿素浓度约为 72%，缩二脲含量为 0.6~0.7%，硝酸铵溶液温度一般在 145~150℃，浓度约为 95%，考虑混合后温度在 110℃左右，在高于 70℃时尿素就合成少量缩二脲，因此本标准确定缩二脲≤0.40%。

4.2.3.3 pH 值指标的确定

GB 2945《硝酸铵》规定“10%水溶液的 pH≥4.0”。硝酸铵产品 10%水溶液的 pH 值在 4.6~6.1（见表 1）范围，尿素产品 10%水溶液的 pH 值在 9.0~9.5（见表 1）范围，尿液 10%水溶液的 pH 值在 9.03~9.52（见表 1）范围，用尿素或尿液生产的尿素—硝酸铵溶液的 pH 值 5.59~7.92（见表 2、表 3、表 4）范围。因此本标准 pH 值为 5.0~8.0。

4.2.3.4 密度的指标确定

俄罗斯（Аkpoh）标准中密度指标为 1.260~1.326 g/cm³，指标数据见表 6。

表 6 本标准与俄罗斯（Аkpoh）标准密度对照

俄罗斯（Аkpoh）	产品规格	UAN-28	UAN-30	UAN-32
	密度（20℃），g/cm ³	1.260~1.277	1.285~1.312	1.306~1.326

参照俄罗斯（Аkpoh）指标，结合实际，本标准密度指标确定为（20℃）为 1.26~1.34 g/cm³。

4.2.3.5 水不溶物的指标确定

美国 CF、俄罗斯（Аkpoh）都无水不溶物指标，鉴于 GB 2945《硝酸铵》标准规定“10%硝酸中不溶物含量≤0.2%”，GB2440《尿素》标准规定工业级水不溶物≤0.05%、农业级无水不溶物含量要求。综合考核配方及尿素、硝酸铵技术指标，本标准水不溶物≤0.1%。

4.2.3.6 重金属限量指标的确定

国家标准 GB 23349《肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标》、农业部标准 NY 1110《水溶肥料 汞、砷、镉、铅、铬的限量要求》规定的限量指标见表 7。

表 7 国家、行业标准重金属限量指标

标准号	项目	指标
GB 23349-2009	汞及其化合物的质量分数(以 Hg 计)/% ≤	0.0005
	砷及其化合物的质量分数(以 As 计)/% ≤	0.0050
	镉及其化合物的质量分数（以 Cd 计）/% ≤	0.0010
	铅及其化合物的质量分数（以 Pb 计）/% ≤	0.0200
	铬及其化合物的质量分数(以 Cr 计)/% ≤	0.0500
NY 1110-2010	汞（Hg）(以元素计)，mg/kg ≤	5
	砷（As）(以元素计)，mg/kg ≤	10
	镉（Cd）(以元素计)，mg/kg ≤	10
	铅（Pb）(以元素计)，mg/kg ≤	50
	铬（Cr）(以元素计)，mg/kg ≤	50
本标准	砷的质量分数，% ≤	0.0010

	镉的质量分数，%	≤	0.0010
	铅的质量分数，%	≤	0.0050
	铬的质量分数，%	≤	0.0050
	汞的质量分数，%	≤	0.0005

本标准汞、砷、镉、铅、铬限量指标限值确定为执行农业部标准 NY 1110 《水溶肥料汞、砷、镉、铅、铬的限量要求》，计量单位采用质量分数（与 GB/T 23349-2009 相同）。

5 试验方法

5.1 总氮试验方法的验证

按 GB/T 8572—2010 中 6.2.2 测定尿素硝铵溶液的总氮含量，测定数据见表 8。

表 8 实验室间总氮试验数据（GB/T 8572）

生产日期	实验室 A 测定总氮，%				实验室 B 测定总氮，%				实验室间 绝对差值，%
	1	2	均值	绝对差值	1	2	均值	绝对差值	
2013.09.11	32.31	32.29	32.30	0.02	32.47	32.35	32.41	0.12	0.11
2013.09.12	30.20	30.34	30.27	0.14	30.04	30.30	30.17	0.26	0.10
2014.02.27	30.13	30.03	30.08	0.10	30.49	30.43	30.46	0.06	0.38
2014.05.19	28.01	28.12	28.06	0.11	28.02	28.18	28.10	0.16	0.04
2014.05.21	28.10	28.30	28.20	0.20	28.14	28.06	28.10	0.08	0.10

表 8 数据表明：总氮平行测定结果的绝对差值在 0.02%~0.26%，不同实验室测定结果的绝对差值在 0.04%~0.38%，满足 GB/T 8572 误差要求（平行测定结果的绝对差值不大于 0.30%，不同实验室间测定结果的绝对差值不大于 0.50%）。本标准总氮含量的测定采用 GB/T 85726.5.2 规定的方法。

5.2 硝态氮试验方法的验证

a) 按 WJ9050-2006 附录 A 的规定测定尿素硝铵溶液硝态氮含量，测定数据见表 9。

表 9 实验室间硝态氮试验数据（WJ9050-2006 附录 A）

生产日期	实验室 A 测定硝态氮，%				实验室 B 测定硝态氮，%				实验室间 绝对差值，%
	1	2	均值	绝对差值	1	2	均值	绝对差值	
2013.09.11	7.97	7.88	7.92	0.09	7.99	8.12	8.06	0.13	0.14
2013.09.12	8.25	8.19	8.22	0.06	8.21	8.16	8.18	0.05	0.04
2014.02.27	7.63	7.73	7.68	0.10	7.67	7.6	7.64	0.07	0.04
2014.05.19	6.93	6.82	6.88	0.11	6.79	6.75	6.77	0.04	0.11
2014.05.21	6.85	6.91	6.88	0.06	6.88	7.01	6.94	0.13	0.06

表 9 数据表明：硝态氮平行测定结果的绝对误差小于 0.13%，不同实验室测定结果的绝对误差小于 0.14%，满足 WJ9050-2006 误差要求（平行测定结果的绝对差值不大于 1.5%）。

备注：WJ9050-2006 附录 A 采用紫外光双波长法。农业用改性硝酸铵送南京“国家民用爆破器材质量监督检验中心”检验，也采用 WJ9050-2006 附录 A 规定的方法测定硝酸铵含量，出具“农用

硝酸铵抗爆性能合格证”。

b) NY/T 1116—2014《肥料硝态氮、铵态氮、酰胺态氮含量的测定》标准实施后，组织两个实验室，配制硝态氮标准溶液[$\rho(\text{NO}_3\text{—N})=20\text{ mg/L}$]按 NY/T 1116—2014 中 3 规定的方法测定尿素硝铵溶液硝态氮含量，测定数据见表 10。

表 10 实验室间硝态氮试验数据（NY/T 1116—2014）

产品 编号	实验室 A 测定硝态氮，%						实验室 B 测定硝态氮，%						实验室 间绝对 差值，%
	1	2	3	4	均值	绝对 差值	1	2	3	4	均值	绝对 差值	
1	6.55	6.52	6.44	6.50	6.50	0.13	6.45	6.39	6.46	6.36	6.42	0.07	0.08
2	7.00	7.04	7.03	7.14	7.05	0.14	6.97	6.94	6.96	6.91	6.94	0.06	0.11
3	7.52	7.73	7.70	7.67	7.62	0.21	7.45	7.40	7.36	7.38	7.40	0.09	0.22
4	8.10	8.16	8.21	8.25	8.18	0.14	7.94	7.91	7.91	7.99	7.94	0.08	0.24

表 10 数据表明：硝态氮平行测定结果的绝对误差小于 0.14%，不同实验室测定结果的绝对误差小于 0.24%，满足 NY/T 1116—2014 误差要求（平行测定结果的绝对差值不大于 0.15%，不同实验室间测定结果的绝对差值不大于 0.30%）。本标准硝态氮含量的测定采用 NY/T 1116—2014 中 3 规定的方法。

5.3 铵态氮试验方法的验证

a) GB/T 3600 《肥料中氨态氮含量的测定 甲醛法》范围中说明“本标准适用于只有在试样不含有尿素或其衍生物、氰胺化物以及有机含氮化合物时，方可应用”。由于尿素硝铵溶液中含有一定量的尿素，为验证此法尿素是否对铵态氮的测定有干扰，将硫酸铵（分析纯）和尿素（分析纯）按 2：1、1：1、1：2 的比例进行配制，测定铵态氮的含量，结果如表 11 所示：

表 11 尿素存在下用甲醛法测氨态氮含量

样品配制	铵态氮含量，以氮（N）百分数表示，%	回收率，%
硫酸铵	21.11	100.52
硫酸铵：尿素（质量比）=2：1	20.99	99.97
硫酸铵：尿素（质量比）=1：1	21.06	100.30
硫酸铵：尿素（质量比）=1：2	21.09	100.45

表 11 结果表明，在尿素存在条件下，采用 GB/T 3600 《肥料中氨态氮含量的测定 甲醛法》测定氨态氮，均能取得较好的回收率，因此，尿素对铵态氮的测定没有干扰，可用此标准测定尿素硝铵溶液中铵态氮的含量。

b) 按 NY/T 1116—2014 中 4.1 测定硝酸铵的铵态氮，准确称取一定量的硝酸铵、尿素、和水配制模拟尿素硝铵溶液（以配制结果作为理论值），分别按 NY/T 1116—2014 中 4.1 和 GB/T 3600 测定其铵态氮含量，测定数据见表 12。

表 12 实验室间铵态氮试验数据 (NY/T 1116)

样品 编号	铵态氮 (理论值), %	试验方法	1	2	3	4	平均值, %	实测值与配制 值的差值, %
1	7.45	NY/T 1116	7.97	7.97	7.75	7.82	7.88	0.43
		GB/T3600	7.34	7.36	7.40	7.39	7.37	-0.08
2	7.23	NY/T 1116	7.70	7.65	7.47	7.60	7.61	0.38
		GB/T3600	7.18	7.07	7.14	7.16	7.14	-0.09
3	7.43	NY/T 1116	7.83	7.99	7.96	7.80	7.90	0.47
		GB/T3600	7.31	7.36	7.33	7.30	7.33	-0.10
4	7.20	NY/T 1116	7.62	7.76	7.80	7.68	7.72	0.52
		GB/T3600	7.16	7.11	7.08	7.14	7.12	-0.08

表 12 数据表明：测定模拟样品的铵态氮时，按 NY/T 1116—2014 中 4.1 测定结果比理论值平均偏高 0.45%，按 GB/T 3600 测定结果比理论值平均偏低 0.09%。采用 GB/T3600 标准测定尿素硝酸铵溶液的氨态氮，测定结果准确度更高。

c) 按 GB/T 3600 测定尿素硝酸铵溶液铵态氮含量，测定数据见表 13。

表 13 实验室间铵态氮试验数据 (GB/T 3600)

产品编号	实验室 A 测定铵态氮, %				实验室 B 测定铵态氮, %				实验室间 绝对差值, %
	1	2	均值	绝对差值	1	2	均值	绝对差值	
1	7.36	7.40	7.38	0.04	7.34	7.39	7.37	0.05	0.01
2	7.08	7.12	7.10	0.06	7.18	7.16	7.17	0.02	0.07
3	7.36	7.33	7.35	0.03	7.31	7.30	7.31	0.01	0.04
4	7.11	7.08	7.10	0.03	7.16	7.14	7.15	0.02	0.05

表 13 数据表明：铵态氮平行测定结果的绝对误差小于 0.05%，不同实验室测定结果的绝对误差在小于 0.07%，满足 GB/T 3600 误差要求（平行测定结果的绝对差值不大于 0.06%，不同实验室间测定结果的绝对差值不大于 0.08%）。本标准铵态氮含量的测定方法采用 GB/T 3600 规定的方法。

5.4 缩二脲试验方法的验证

5.4.1 试样除氨处理方法

a)、称取 10 g 试样，精确至 0.01 g，置于 250 mL 烧杯中，稀释至 100 mL，加 400 g/L 氢氧化钠溶液将试验溶液调至碱性，在烧杯中加入 50 mL 无水甲醇，于 70 °C~80 °C 恒温水浴锅中蒸发至少 20 mL，将剩余溶液转移至 100 mL 容量瓶中，再用盐酸溶液 (1+1) 调至中性。然后按 GB/T 2241.2 进行测定。

采用加标回收法验证上述方法的可行性，分别在不同温度下测得试样的缩二脲，再称取一定质量试样，加入 10 mg 缩二脲标液，不同温度下缩二脲的回收率见表 14。

表 14 不同温度下缩二脲的回收率试验数据

温度℃	序号	样品质量 (g)	吸光度 (A)	测得 Biu(mg)	Biu/样 (mg/g)	样品质量 (g)	加标 Biu(mg)	吸光度 (A)	测得 Biu(mg)	回收 率%
70	1	10.4170	0.063	10.89	1.0454	10.4425	10.00	0.087	15.58	43.40
	2	10.4006	0.065	11.28	1.0845	10.4035	10.00	0.091	16.37	51.72
	3	15.7741	0.096	17.34	1.0993	15.6660	10.00	0.126	23.21	63.47
75	1	10.4280	0.049	8.16	0.7825	10.4331	10.00	0.076	13.43	54.94
	2	10.3883	0.048	7.96	0.7662	10.3802	10.00	0.063	13.89	59.93
	3	15.6530	0.066	11.48	0.7334	15.6247	10.00	0.099	17.93	60.44
78	1	11.7948	0.043	6.98	0.5918	11.7728	10.00	0.067	11.67	51.23
	2	10.7382	0.037	5.81	0.5411	10.7582	10.00	0.063	10.89	49.06
	3	14.8606	0.048	7.96	0.5356	14.9693	10.00	0.074	13.04	47.44

表 14 实验数据可知：尿素硝铵溶液按上述方法处理，70℃的回收率在 43.4~63.47 之间、75℃的回收率在 54.9~60.4 之间、78℃的回收率在 47.4~51.2 之间，上述处理方法所得结果的准确度极差。

b) 称取 10 g 试样，精确至 0.01 g，置于 250 mL 烧杯中，加 5ml 蒸馏水润湿试样，加 400 g/L 氢氧化钠溶液将试验溶液调至碱性，于 40℃~48℃恒温水浴锅中蒸发至无氨味（约 5~6 小时），将剩余溶液转移至 100 mL 容量瓶中，再用盐酸溶液（1+1）或 100g/L 氢氧化钠的调至中性。然后按 GB/T 2241.2 进行测定。

采用加标回收的方法验证方法可行性，分别在不同温度下测得试样的缩二脲，再称取一定质量试样，加入 10 mg 缩二脲标液，不同温度下的回收率见表 15。

表 15 不同温度下回收率试验数据

温度℃	序号	样品质量 (g)	吸光度 (A)	测得 Biu(mg)	Biu/样 (mg/g)	样品质量 (g)	加标 Biu(mg)	吸光度 (A)	测得 Biu(mg)	回收 率%
48	1	5.2505	0.056	9.52	1.8132	5.2706	10.00	0.099	17.93	86.81
	2	10.4374	0.100	18.13	1.7370	10.4377	10.00	0.144	26.73	84.14
	3	10.4210	0.100	18.13	1.7398	10.3627	10.00	0.139	25.75	75.66
	4	15.6127	0.147	27.31	1.7292	15.6327	10.00	0.187	35.13	76.98
40	1	10.0279	0.093	16.76	1.6713	10.0301	10.00	0.142	26.34	94.37
	2	10.0036	0.093	16.76	1.6754	10.0151	10.00	0.142	26.34	94.33
	3	10.0055	0.094	16.95	1.6941	10.0188	10.00	0.143	26.53	96.16
	4	10.0163	0.095	17.15	1.7122	10.0176	10.00	0.145	26.92	100.08

表 15 表明，尿素硝铵溶液按上述方法处理，48℃的回收率在 75.66~86.81 之间、40℃的回收率在 94.33~100.08 之间，由此可见，40℃处理样品时，方法准确可靠，但分析时间需 5~6 小时，分析时间过长。

c) 称取 10g 试样，精确至 0.01g，置于吸收管中，加 400g/L 氢氧化钠溶液 7mL 将溶液调至碱性，然后连接氮气管，缓慢旋开氮气瓶开关，以 400ml/min 速度连续通氮气约 1h 除尽氨（试样溶液无氨味），将试样溶液转移至 100mL 容量瓶中，再用盐酸溶液（1+1）调至中性。然后按 GB/T 2241.2

进行测定。

采用加标回收的方法验证方法可行性。按上述方法测得样品的缩二脲含量见表 16。

表 16 尿素硝酸铵溶液缩二脲数据

序号	样品质量 (g)	吸光度(A)	测得 Biu(mg)	Biu/样 (mg/g)	均值[Biu/样(mg/g)]
1	10.2837	0.151	29.02	2.82	2.84
2	10.3537	0.154	29.61	2.86	
3	10.3173	0.153	29.42	2.85	

取上述已测得缩二脲含量的试样，各称取 10g 试样（），精确至 0.0002g，各加入 10.00mg 缩二脲，按上述方法测得的回收率见表 17：

表 17 回收率试验数据

序号	样品质量 (g)	吸光度(A)	测得总 Biu(mg)	样品 Biu/(mg)	加标 Biu(mg)	回收率%
1	10.1074	0.197	38.08	28.71	10.00	93.70
2	10.2807	0.204	39.46	29.20	10.00	102.65
3	10.2040	0.198	38.28	28.98	10.00	93.00
4	10.3038	0.200	38.67	29.26	10.00	94.11
5	10.3013	0.202	39.07	29.26	10.00	98.10
6	10.2915	0.201	38.87	29.23	10.00	96.44

表 17 数据可知，采用通氮气除氨，样品处理时间由 5~6 小时缩短为 1 小时，方法的回收率在 93%~102.6%，方法准确度能满足要求。

5.4.2 实验室间验证

按 5.4.1c) 预处理试样，再按 GB/T 2441.2 尿素的测定方法第 2 部分：缩二脲含量的测定分光光度法规定执行。测定数据见表 18。

表 18 实验室间缩二脲试验数据

生产日期	实验室 A 测定缩二脲， %				实验室 B 测定缩二脲， %				实验室间绝对差值， %
	1	2	均值	绝对差值	1	2	均值	绝对差值	
2013.09.11	0.43	0.41	0.42	0.02	0.39	0.41	0.40	0.02	0.02
2013.09.12	0.42	0.44	0.43	0.02	0.41	0.43	0.42	0.02	0.01
2014.02.27	0.30	0.33	0.32	0.03	0.35	0.31	0.33	0.04	0.01
2014.05.19	0.29	0.26	0.28	0.03	0.33	0.34	0.34	0.01	0.06
2014.05.21	0.15	0.17	0.16	0.02	0.19	0.17	0.18	0.02	0.03

表 18 数据表明：平行测定结果的绝对差值在 0.01%~0.04%，不同实验室测定结果的绝对差值在 0.01%~0.06%，满足误差要求（平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%，不同实验室间测定结果的绝对差值不大于 0.08%）。本标准缩二脲含量的测定，先将试样先通氮除氨，再采用 GB/T 2241.2 标准。

5.5 pH 值（10%水溶液）试验方法的验证

称取 10 g（称准至 0.1g）试样，置于 200 mL 烧杯中，加入 90 mL 不含二氧化碳的水，按 NY/T 1973—2010 中 4.2.2 “充分搅拌 3min……” 进行测定试样溶液的 pH 值，测定数据见表 19。

表 19 实验室间 pH 值（10%水溶液）试验数据

生产日期	实验室 A 测定 pH 值（10%水溶液）				实验室 B 测定 pH 值（10%水溶液）				实验室间 绝对差值
	1	2	均值	绝对差值	1	2	均值	绝对差值	
2013.09.11	7.91	7.92	7.92	0.01	7.93	7.95	7.94	0.02	0.02
2013.09.12	7.64	7.66	7.65	0.02	7.59	7.60	7.60	0.01	0.05
2014.02.27	5.58	5.60	5.59	0.02	5.66	5.64	5.65	0.02	0.06
2014.05.19	6.24	6.25	6.24	0.02	6.29	6.26	6.28	0.03	0.05
2014.05.21	6.84	6.87	6.86	0.03	6.82	6.85	6.84	0.03	0.02

表 19 数据表明：平行测定结果的绝对误差在 0.01~0.03，不同实验室测定结果的绝对误差在 0.02~0.06，满足 NY/T1973—2010 规定的误差要求（平行测定结果的绝对差值不大于±0.02 pH 单位）。本标准 pH 值（10%水溶液）含量的测定方法采用 NY/T 1973—2010 标准。

5.6 游离氨试验方法的验证

尿素硝酸铵溶液中游离氨含量非常低，在现有标准中没有合适的微量游离氨的测定方法。在本标准中，尿素硝酸铵溶液中游离氨，用过量的硫酸吸收，用氢氧化钠反滴定过量的硫酸，属于强碱滴定强酸，滴定终点 pH 为 7.0，突跃范围（pH=4.30~9.70），甲基红-亚甲基蓝混合指示剂变色范围（pH=5.2~5.6），变色点 pH=5.4，变色极为敏锐，可以满足技术要求。用 GB/T 2241.5 测定纯尿素碱度时，不返色，但测定 UAN 时返色比较严重，测定终点很难掌握，而用过量的硫酸标准溶液吸收 UAN，再用氢氧化钠标准溶液滴定过量的硫酸标准溶液，且返滴定法终点稳定，重显性好。测定数据见表 20。

表 20 实验室间游离氨试验数据

生产日期	实验室 A 测定游离氨（NH ₃ ），%				实验室 B 测定游离氨（NH ₃ ），%				实验室间 绝对差值，%
	1	2	均值	绝对差值	1	2	均值	绝对差值	
2013.09.11	0.0052	0.0053	0.0052	0.0001	0.0053	0.0057	0.0055	0.0004	0.0003
2013.09.12	0.0086	0.0084	0.0085	0.0002	0.0105	0.0095	0.0100	0.0010	0.0015
2014.02.27	0.0130	0.0121	0.0126	0.0009	0.0105	0.0114	0.0110	0.0009	0.0016
2014.05.19	0.0041	0.0050	0.0046	0.0009	0.0062	0.0052	0.0057	0.0010	0.0011
2014.05.21	0.0373	0.0381	0.0377	0.0008	0.0375	0.0368	0.0372	0.0007	0.0005

表 20 数据表明：平行测定结果的绝对误差在 0.0001%~0.0010%，不同实验室测定结果的绝对误差在 0.003%~0.0016%，满足 GB/T 2241.5 误差要求（平行测定结果的绝对差值不大于 0.001%，不同实验室间测定结果的绝对差值不大于 0.002%）。

5.7 水不溶物的试验方法的验证

按 GB/T 2241.6 测定尿素硝酸铵溶液水不溶物含量，测定数据见表 21。

表 21 实验室间水不溶物试验数据

生产日期	实验室 A 测定水不溶物， %				实验室 B 测定水不溶物， %				实验室间 绝对差值， %
	1	2	均值	绝对差值	1	2	均值	绝对差值	
2013. 09. 11	0. 0119	0. 0123	0. 0121	0. 0004	0. 0122	0. 0104	0. 0113	0. 0018	0. 0008
2013. 09. 12	0. 0136	0. 0130	0. 0133	0. 0006	0. 0138	0. 0160	0. 0149	0. 0022	0. 0016
2014. 02. 27	0. 0159	0. 0183	0. 0171	0. 0024	0. 0207	0. 0204	0. 0206	0. 0003	0. 0035
2014. 05. 19	0. 0084	0. 0094	0. 0089	0. 0010	0. 0057	0. 0079	0. 0068	0. 0022	0. 0021
2014. 05. 21	0. 0174	0. 0151	0. 0162	0. 0023	0. 0121	0. 0140	0. 0130	0. 0019	0. 0032

表 21 数据表明，平行测定结果的绝对误差在 0.000 3%~0.002 4%，不同实验室测定结果的绝对误差在 0.0008%~0.0035%，满足 GB/T 2241.6 误差要求（平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 0%）。本标准水不溶物含量的测定方法采用 GB/T 2241.6 标准。

5.8 试验方法的确定

总氮含量的测定：采用 GB/T 8572—2010 中 6.2.2 规定的方法。

硝态氮含量的测定：采用 NY/T 1116—2014 中 3 规定的方法，采用浓度为 20 mg/L 的硝态氮标准溶液。

铵态氮含量的测定：采用 GB/T3600 规定的方法。

酰胺态氮含量的测定：酰胺态氮含量为总氮与硝态氮、铵态氮含量的差值。采用计算法得出。

缩二脲含量的测定：试样先进行预处理，调节溶液至碱性，通氮气除氨后，再将试样用盐酸调至中性，然后按 GB/T 2441.2 规定的方法

pH 值的测定：称取试样 10 g（称准至 0.1 g），置于 200 mL 烧杯中，加入 100 mL 不含二氧化碳的水，按 NY/T 1973—2010 中 4.2.2 “充分搅拌 3 min……”进行测定。

水不溶物的测定：采用 GB/T 2241.6 规定的方法。

游离氨的测定：采用酸碱返滴定法测定。

密度的测定：采用 GB/T 4472 规定的方法。

汞、砷、镉、铅、铬重金属限量指标的测定：采用 NY/T 1978 规定的方法

6 检验规则

6.1 本标准所列项目均为型式检验项目，其中外观、总氮、硝态氮、铵态氮、酰胺态氮、密度、缩二脲、pH、游离氨、净含量为出厂检验项目。

6.2 以同批原料生产的产品为一检验批次，产品按批检验，最大批量不超过500t。

6.3 尿素硝铵溶液采样方法按 GB/T 6680—2003 的规定执行。采样单元数据应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6.1 的规定。

6.4 本标准中产品质量指标合格判断采用 GB/T 8170 中“修约值比较法”。

6.5 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包装单元采取样品，重新检验，重新检验结果，只要有一项指标不符合本标准要求，判该批产品为不合格品。

6.6 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》有关

规定进行。

7 标识

7.1 产品标识应符合GB 18382《肥料标识内容和要求》。

7.2 产品外包装上至少应标明：产品名称、注册商标、农肥登记证号、执行标准、总氮含量、硝态氮含量、酰胺态氮含量、水不溶物含量、净含量、生产日期及公司名称、地址、电话和“怕晒”图示标志（应符合GB/T 191 的规定）。

7.3 产品外包装上应用使用说明，内容至少应包括：产品特性、施用范围、使用方法、注意事项等。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品用塑料包装桶包装，按 NY/T 1108 规定执行。每桶净含量 5kg、10kg、20kg、25kg，净含量按《定量包装商品计量监督管理办法》规定执行。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 产品在搬运和堆垛时，轻拿轻放，不得倒置。

8.3 产品运输和贮存过程中应防晒、防冻、防破裂。产品应贮存于场地平整、阴凉的仓库内，避免阳光直射。贮存温度不低于相应产品的盐析温度（盐析温度：UAN28 为-18℃、UAN30 为-10℃、UAN32 为-2℃）。