



中华人民共和国国家标准

GB/T 34763—2017

脲醛缓释肥料

Urea aldehyde slow release fertilizer

2017-11-01 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 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新型肥料分技术委员会(SAC/TC 105/SC 5)归口。

本标准负责起草单位:上海化工研究院有限公司、住商肥料(青岛)有限公司。

本标准参加起草单位:山东师范大学、山东史贝美肥料股份有限公司、美稼农业科技(上海)有限公司、山东省土壤肥料总站。

本标准主要起草人:段路路、张金娥、吕云峰、王华萍、曹贤高、刘佃平、刘刚、范宾、杨茂德、黄帅、刘延生、张斌。

脲醛缓释肥料

1 范围

本标准规定了脲醛缓释肥料的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。
本标准适用于脲醛缓释氮肥、脲醛缓释复合肥料、脲醛缓释掺混肥料。

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 6679 固体化工产品采样通则
GB/T 8170 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 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法
GB/T 8577 复混肥料中游离水含量的测定 卡尔·费休法
GB/T 14540 复混肥料中铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定
GB 18382 肥料标识 内容和要求
GB/T 19203 复混肥料中钙、镁、硫含量的测定
GB/T 22924 复混肥料(复合肥料)中缩二脲含量的测定
GB/T 24891 复混肥料粒度的测定
GB/T 34764 肥料中铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定 等离子体发射光谱法
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文件。

3.1

缓释肥料 **slow release fertilizer**

通过养分的化学复合或物理作用,使其对作物的有效态养分随着时间而缓慢释放的化学肥料。

3.2

脲醛氮 **urea formaldehyde nitrogen;UFN**

由尿素和醛类在一定条件下反应制得的有机微溶性氮。

3.3

脲醛缓释肥料 **urea aldehyde fertilizer**

由尿素和醛类在一定条件下反应制得的含有或部分含有有机微溶性氮缓释肥料。

3.4

冷水不溶性氮 cold water insoluble nitrogen; CWIN

肥料经 25 °C 的 pH 7.5 磷酸盐缓冲溶液浸提 15 min, 未溶出的氮。

3.5

热水不溶性氮 hot water insoluble nitrogen; HWIN

肥料经 100 °C 的 pH 7.5 磷酸盐缓冲溶液浸提 30 min 未溶出的氮。

3.6

热水溶解氮 hot water soluble nitrogen; HWSN

肥料经 100 °C 的 pH 7.5 磷酸盐缓冲溶液浸提 30 min 溶出的氮。

注: 热水溶解氮等于总氮与热水不溶性氮的差值。

3.7

仅热水溶性氮 only hot water soluble nitrogen; only HWSN

不溶于 25 °C 的 pH 7.5 磷酸盐缓冲溶液但可以在 100 °C 的 pH 7.5 磷酸盐缓冲溶液中溶出的氮。

注: 仅热水溶性氮等于冷水不溶性氮和热水不溶性氮的差值。

3.8

缓释有效氮 slow available nitrogen; SAN

表征对植物有效的缓释氮。

注: 脲甲醛(UF/MU)以仅热水溶性氮(only HWSN)计, 异丁叉二脲(IBDU)、丁烯叉二脲(CDU)以冷水不溶性氮(CWIN)计, 脲醛缓释氮肥、脲醛缓释掺混肥料以冷水不溶氮(CWIN)计, 脲醛缓释复合肥料以脲醛氮(UFN)计。

3.9

活性系数 activity index; AI

表征冷水不溶性氮在土壤中转化成有效态氮的比率。

注: $AI = (CWIN - HWIN) \times 100\% / CWIN$ 。

3.10

脲醛缓释氮肥 urea aldehyde slow release nitrogen fertilizer

仅含有氮养分, 其中缓释氮由尿素和醛类在一定条件下反应制成的肥料。

3.11

脲醛缓释复合肥料 urea formaldehyde recombination fertilizer

尿素与甲醛在线反应或添加粉状脲醛缓释氮肥经造粒方法制成的至少有两种养分的肥料。

3.12

脲醛缓释掺混肥料 urea aldehyde slow release bulk blending fertilizer

以干混方法制成的含有脲醛缓释氮掺混肥料。

4 要求

4.1 外观: 粒状、条状、片状或粉状产品, 无机械杂质。

4.2 脲甲醛(UF/MU)产品应符合表 1 要求和标明值, 异丁烯叉二脲(IBDU)和丁烯叉二脲(CDU)应符合表 2 要求和标明值。

表 1 脲甲醛(UF/MU)要求 %

项 目	指 标
总氮(TN)的质量分数	≥ 36.0
尿素氮(UN)的质量分数	≤ 5.0
热水溶解氮(HWSN)占总氮的百分率	≥ 60
活性系数(AI)	≥ 40
水分(H ₂ O)的质量分数 ^a	≤ 3.0
粒度(1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm) ^b	≥ 90
^a 粉状产品,水分(H ₂ O)的质量分数≤5.0%。 ^b 粉状产品,粒度不做要求。特殊形状或更大颗粒(粉状除外)产品的粒度可由供需双方协议确定。	

表 2 异丁烯叉二脲(IBDU)、丁烯叉二脲(CDU)要求 %

项 目	指 标
总氮(TN)的质量分数	≥ 28.0
尿素氮(UN)的质量分数	≤ 3.0
来自于 IBDU 或 CDU 氮的质量分数(以 CWIN 计)	≥ 25.0
水分(H ₂ O)的质量分数 ^a	≤ 3.0
粒度(1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm) ^b	≥ 90
^a 粉状产品,水分(H ₂ O)的质量分数≤5.0%。 ^b 粉状产品,粒度不做要求。特殊形状或更大颗粒(粉状除外)产品的粒度可由供需双方协议确定。	

4.3 脲醛缓释氮肥、脲醛缓释复合肥料、脲醛缓释掺混肥料应符合表 3 要求,同时应符合标明值和相应国家标准的要求。

表 3 脲醛缓释氮肥、脲醛缓释复合肥料、脲醛缓释掺混肥料要求

项 目	指 标
缓释有效氮的质量分数(脲醛缓释氮肥以冷水不溶性氮 CWIN 计,脲醛缓释复合肥料以脲醛氮 UFN 计,脲醛缓释掺混肥以冷水不溶性氮 CWIN 计) ^a	≥ 标明值
总氮(TN)的质量分数 ^b	≥ 18.0
中量元素单一养分的质量分数(以单质计) ^c	≥ 2.0
微量元素单一养分的质量分数(以单质计) ^d	≥ 0.02
^a 脲醛缓释氮肥缓释有效氮(以冷水不溶性氮 CWIN 计)应不小于 4.0%;脲醛缓释掺混肥料缓释有效氮(以冷水不溶性氮 CWIN 计)应不小于 2.0%,脲醛缓释复合肥料缓释有效氮(以脲醛氮 UFN 计)应不小于 2.0%。冷水不溶性氮 CWIN 应注明缓释氮的形式,如脲甲醛(UF/MU)、异丁叉二脲(IBDU)、丁烯叉二脲(CDU)。 ^b 该项目仅适用于脲醛缓释氮肥。 ^c 包装容器标明含有钙、镁、硫时检测该项指标。 ^d 包装容器标明含有铜、铁、锰、锌、硼、钼时检测该项目指标。	

4.4 缩二脲的质量分数应符合供需双方约定的要求。

5 试验方法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。试剂中的硫酸及其溶液、盐酸溶液和氢氧化钠溶液具有腐蚀性,五水硫酸铜有毒,乙醇易燃,相关操作应在通风橱内进行。

5.1 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用符合 HG/T 2843 要求的试剂和水,并按 HG/T 2843 的规定配制溶液。

5.2 平行试验

除外观和粒度外,平行做两份试验。

5.3 外观

目视法测定。

5.4 总氮(TN)含量

按 GB/T 8572 中的规定进行。

5.5 尿素氮(UN)含量

5.5.1 方法提要

在一定酸度的溶液中,用脲酶将尿素态氮转化为氨,再用硫酸标准滴定溶液滴定。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 脲酶:98%,25g/瓶,−2℃~8℃贮存。

5.5.2.2 乙醇:95%。

5.5.2.3 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{ mol/L}$ 。

5.5.2.4 溴甲酚绿-甲基橙混合指示液。

5.5.2.5 中性脲酶溶液:新鲜的1%商品脲酶溶液,或将1g脲酶粉末溶解于100mL水中制备。使用前应检测脲酶活性,若20mL脲酶溶液不能将0.1g尿素水解,则应弃去,重新配制。

5.5.3 仪器设备

5.5.3.1 通常实验室用仪器。

5.5.3.2 水浴:温度可控制在 $40\text{℃}\pm 2\text{℃}$ 。

5.5.3.3 振荡器:频率60次/min。

5.5.4 试验步骤

5.5.4.1 试液制备

称取约5g试样(精确到0.0002g)于500mL容量瓶中,加入200mL水,在室温下振荡30min。

加水至刻度,混匀后干过滤。

5.5.4.2 测定

用移液管移取 V_1 (mL) 试液(含相当于 0.1 g 尿素)于 300 mL 锥形瓶中,加入 4 滴指示液(5.5.2.4),用硫酸标准滴定溶液(5.5.2.3)滴定至溶液呈灰绿色为终点,记录消耗的硫酸标准滴定溶液体积 V_0 。

再移取 V_1 (mL) 试液于 300 mL 锥形瓶中,加入 V_0 (mL) 硫酸标准滴定溶液,加入 25 mL 中性脲酶溶液(5.5.2.5),塞紧瓶塞。用力振荡 2 min,在 40 °C 水浴中静置 30 min 后冷却至室温,用水冲洗瓶塞和瓶颈,再加入 4 滴指示液,继续滴定至溶液呈灰绿色为终点,记录第二次消耗的硫酸标准滴定溶液体积 V_2 。同时进行空白试验,记下第二次消耗的硫酸标准滴定溶液体积 V_3 。

5.5.5 分析结果的表述

尿素氮(UN)的质量分数 w_1 ,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c_1(V_2 - V_3) \times 14.01}{m_1 \times 1\,000 \times V_1/500} \times 100 = \frac{c_1(V_2 - V_3)}{m_1 \times V_1} \times 700.5 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c_1 ——硫酸标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——滴定时,第二次消耗的硫酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_3 ——滴定时,空白试验第二次消耗的硫酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- 14.01 ——氮的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);
- m_1 ——试样质量的数值,单位为克(g);
- V_1 ——测定时移取试样溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- 500 ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.5.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.10%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.15%。

5.6 冷水不溶性氮(CWIN)含量

5.6.1 方法提要

试样经 25 °C、pH 值为 7.5 的磷酸盐缓冲溶液浸提并洗涤,滤纸过滤并洗涤,测定滤纸上不溶物中的氮含量。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 硫酸。

5.6.2.2 无水乙醇。

5.6.2.3 混合催化剂:将 1 000 g 硫酸钾和 50 g 五水硫酸铜充分混合,并仔细研磨。

5.6.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5$ mol/L。

5.6.2.5 氢氧化钠溶液:400 g/L。

5.6.2.6 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5$ mol/L。

5.6.2.7 磷酸盐缓冲溶液:pH 值为 7.5。将 14.3 g 磷酸二氢钾和 91.0 g 磷酸氢二钾溶解在水中,稀释至 1 000 mL。取 100 mL 再用水稀释到 1 000 mL。

5.6.2.8 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

5.6.3 仪器和设备

5.6.3.1 通常实验室用仪器。

5.6.3.2 水浴:温度可控制在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.3.3 消化仪器及加热装置:按 GB/T 8572 配置。

5.6.3.4 蒸馏仪器及加热装置:按 GB/T 8572 配置。

5.6.3.5 防暴沸颗粒或防暴沸装置:按 GB/T 8572 配置。

5.6.4 分析步骤

称取约 1 g 试样(精确至 0.000 2 g)于 50 mL 锥形瓶中,向锥形瓶中加入少量乙醇,再加入 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的磷酸盐缓冲溶液(5.6.2.7)20 mL,在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水浴中放置 15 min,放置期间每 5 min 摇动一次。过滤上层清液,再用相同温度的水倾泻洗涤 4 次~5 次,将不溶物全部移到滤纸上,充分洗涤滤纸直至滤液达到约 250 mL 为止。按 5.4 测定总氮含量的方法测定滤纸上的不溶物中氮的含量即为冷水不溶性氮(CWIN)含量。

同时进行空白试验。

5.6.5 分析结果的表述

冷水不溶性氮(CWIN)的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_4 - V_5)c_2 \times 14.01}{m_2 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_4 ——空白试验时,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_5 ——测定时,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

14.01——氮的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

m_2 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.6.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.30%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.50%。

5.7 热水不溶性氮(HWIN)含量的测定及活性系数(AI)的计算

5.7.1 方法提要

试样经 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的 pH 值为 7.5 的磷酸盐缓冲液浸提,滤纸过滤并洗涤,测定滤纸上不溶物中的氮含量。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 5.6.2 中的全部试剂和材料。

5.7.2.2 碳酸钙。

5.7.2.3 硅藻土。

5.7.2.4 中速滤纸。

5.7.3 仪器设备

5.7.3.1 通常实验室用仪器。

5.7.3.2 水浴：温度可以控制在 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.7.3.3 其他同 5.6.3.3、5.6.3.4、5.6.3.5。

5.7.4 分析步骤

称取 0.5 g~1 g 的试样(精确至 0.000 2 g)置于 250 mL 碘量瓶中。测定含脲醛缓释肥料的掺混肥料样品时,应加入 0.5 g 碳酸钙。

向碘量瓶中加入 100 $^{\circ}\text{C}$ 的磷酸盐缓冲溶液(5.6.2.7)100 mL,搅拌后盖上瓶塞,立即放入沸水浴中(碘量瓶中的液面应低于沸水浴的水面),在每隔 10 min 轻轻搅拌一次的状态下加热 30 min 后,从水浴中取出碘量瓶并立即过滤,用约 100 mL 沸水将滤纸上的不溶物充分冲洗。应在 4 min 内、且在滤液出现絮状物前或温度降至 60 $^{\circ}\text{C}$ 前过滤完毕。

若过滤时间超过 4 min,应停止实验,重新称取试样进行测定。重新测定时,在加热后从水中将碘量瓶取出前,加入 1 g 硅藻土搅拌后再过滤。

滤纸上的不溶物中氮的含量即为热水不溶性氮(HWIN)的含量,按 5.4 测定总氮含量的方法测定。同时进行空白试验。

5.7.5 分析结果的表述

5.7.5.1 热水不溶性氮(HWIN)的含量

热水不溶性氮(HWIN)的质量分数 w_3 ,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V_6 - V_7)c_3 \times 14.01}{m_3 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_6 ——空白试验时,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_7 ——测定时,消耗氢氧化钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_3 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

14.01——氮的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

m_3 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.7.5.2 仅热水溶性氮(only HWSN)的含量

仅热水溶性氮(only HWSN)的质量分数 w_4 ,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_4 = w_2 - w_3 \quad \dots\dots\dots (4)$$

5.7.5.3 活性系数(AI)

活性指数(AI),数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$AI = \frac{w_4}{w_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

5.7.6 允许差

热水不溶性氮测定的平行测定结果的绝对差值不大于 0.30 %。

热水不溶性氮测定的不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.50%。

5.8 脲醛缓释复合肥料中脲醛氮(UFN)含量(差减法)

5.8.1 概述

脲醛缓释复合肥料的总氮是指尿素氮、脲醛氮、铵态氮的总称,其中尿素氮和铵态氮合称为混合氮,混合氮通过用脲酶将尿素氮转化为氨,在碱性溶液中蒸馏,过量酸吸收,再用氢氧化钠标准滴定溶液反滴定测定得出。总氮含量和混合氮含量的差值为脲醛氮含量。脲醛缓释复合肥料中脲醛氮含量除差减法外,可参照附录 A 给出的方法测定。

5.8.2 脲醛缓释复合肥料中混合氮(尿素氮和铵态氮)的测定

5.8.2.1 方法提要

在 pH 值为 5.6~5.8 酸性的溶液中,用脲酶将尿素氮转化为氨,在碱性溶液中蒸馏,然后用硫酸吸收,再用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.8.2.2 试剂和材料

5.8.2.2.1 脲酶:98%,25g/瓶,−2℃~8℃贮存。活性要求:不大于 0.5 g 的脲酶应能使 0.25 g 尿素完全分解,使用前检查。

5.8.2.2.2 轻质氧化镁。

5.8.2.2.3 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{ mol/L}$ 。

5.8.2.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$ 。

5.8.2.2.5 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

5.8.2.2.6 中速滤纸。

5.8.2.3 仪器和设备

5.8.2.3.1 通常实验室用仪器。

5.8.2.3.2 水浴:温度可控制在 $40\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.8.2.3.3 振荡器:往复式,频率 60 次/min。

5.8.2.3.4 蒸馏仪器及加热装置:按 GB/T 8572 配置,磨口连接处应涂硅脂密封。

5.8.2.4 试验步骤

5.8.2.4.1 试液制备

称取约 5 g 试料(精确至 0.000 2 g)于 500 mL 容量瓶中,加入 200 mL 水,在室温下振荡 30 min。再加水至刻度,混匀,用中速滤纸干过滤,弃去最初滤液 25 mL 后,保留至少 100 mL 滤液备用。

5.8.2.4.2 测定

用移液管移取 V_8 (mL)滤液(混合氮含量约在 20 mg~100 mg 之间)于 50 mL 烧杯中,加入 25 mL 水,滴加硫酸标准滴定溶液(5.8.2.2.3)或氢氧化钠标准滴定溶液(5.8.2.2.4),使滤液 pH 值在 5.6~5.8 之间,记录滴加体积。

移取与 V_8 等量的滤液于 1 000 mL 圆底烧瓶中,加入 25 mL 水,滴加以上等量硫酸标准滴定溶液或氢氧化钠标准滴定溶液,摇匀,加入可完全分解尿素的足够量的脲酶(5.8.2.2.1),密封后充分摇匀,将烧瓶置于 $40\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 45\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴中保温 1 h(期间充分摇动数次)后冷却。向烧瓶中加入 3 g 轻质氧化镁

(5.8.2.2.2) 后,加入 200 mL 水,摇动后连接到蒸馏装置(5.8.2.3.4)上。

准确加入 20 mL 硫酸标准滴定溶液(5.8.2.2.3)于双球接收器中,加 4 滴~5 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液(5.8.2.2.5),并加适量水保证封闭气体出口,将接收器连接到蒸馏装置上。

蒸馏至用 pH 试纸检测馏出液为中性时结束。

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,记录消耗体积 V_9 。

同时进行空白试验,记下消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积 V_{10} 。

5.8.2.5 混合氮(尿素氮和铵态氮)的含量

混合氮(尿素氮和铵态氮)的质量分数 $w_{混}$,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_{混} = \frac{(V_{10} - V_9)c_4 \times 14.01}{m_4 \times 1\,000 \times \frac{V_8}{500}} \times 100 = \frac{(V_{10} - V_9)c_4}{m_4 \times V_8} \times 700.5 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

V_9 ——测定时消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_{10} ——空白试验消耗的氢氧化钠标准滴定溶液液体积的数值,单位为毫升(mL);

c_4 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

14.01——氮的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

m_4 ——试料质量的数值,单位为克(g);

V_8 ——测定时移取试样溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

500 ——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.8.3 脲醛氮(UFN)分析结果表述

脲醛氮(UFN)的质量分数 w_5 ,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_5 = w_{总} - w_{混} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$w_{总}$ ——按 5.4 测得的总氮的质量分数,数值以%表示;

$w_{混}$ ——混合氮的质量分数,数值以%表示。

5.8.4 允许差

混合氮平行测定结果的绝对差值不大于 0.30%;

混合氮不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.50%。

5.9 水分

按 GB/T 8576 或 GB/T 8577 进行测定,以 GB/T 8577 为仲裁法。

5.10 缩二脲含量

当供需双方对缩二脲含量有检验要求时,按 GB/T 22924 进行测定。

5.11 钙、镁、硫含量

按 GB/T 19203 进行测定。

5.12 铜、铁、锰、锌、硼、钼的测定

按 GB/T 14540 或 GB/T 34764 进行测定,以 GB/T 14540 为仲裁法。

5.13 粒度的测定

按 GB/T 24891 进行测定。

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

产品检验包括出厂检验和型式检验,型式检验项目包括第 4 章的全部项目,表 1 中除尿素氮外的项目以及表 2、表 3 中的全部项目为出厂检验项目。在下列情况时,应进行型式检验:

- a) 原料、工艺及设备发生变化;
- b) 正式生产时,定期或积累到一定量时;
- c) 产品质量监督机构提出型式检验的要求时;
- d) 供需双方有约定时。

6.2 组批

产品按批检验,以一天或两天的产量为一批,最大批量为 500 t。

6.3 采样方案

6.3.1 袋装产品

不超过 512 袋时,按表 4 确定采样袋数;大于 512 袋时,按式(8)计算结果确定最少采样袋数,如遇小数,则进为整数。

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

式中:

n ——最少采样袋数;

N ——每批产品总袋数。

表 4 最少采样袋数的确定

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
126~51	16	451~512	24
152~181	17		

按表 4 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。

6.3.2 散装产品

散装产品及吨包装产品按 GB/T 6679 规定进行。

6.4 样品缩分和试样制备

6.4.1 样品缩分

将采取的样品迅速混匀,用缩分器或四分法将样品缩分至不少于 1 kg,再缩分成两份,分装于两个洁净、干燥的 500 mL 具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中,密封并贴上标签,注明生产企业名称、产品名称、产品类别、产品等级、批号或生产日期、取样日期和取样人姓名,一瓶做产品质量分析,另一瓶保存两个月,以备查用。

6.4.2 试样制备

由 6.4.1 中取一瓶样品,经多次缩分后取出约 100 g 样品,迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿可通过 1.00 mm 筛子),混合均匀,置于洁净、干燥瓶中,做成分分析。余下实验室样品备用。

6.5 结果判定

6.5.1 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”。

6.5.2 检验项目的检验结果全部符合本标准要求时,判该批产品合格。

6.5.3 出厂检验时,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本标准要求,判该批产品不合格。

6.5.4 每批检验合格的出厂产品应附有质量证明书,其内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、产品类别、批号或生产日期、产品净含量、总氮含量、缓释有效氮含量(标明脲醛种类)等主要养分含量、各指标标明值和执行标准编号。

7 标识

7.1 产品为脲甲醛(UF/MU)时,应在包装袋上标明脲醛种类、总氮含量、缓释有效氮含量(以仅热水溶性氮 only HWSN 计)、净含量,其余执行 GB 18382。采用吨包装时,仅标明脲醛种类、总氮含量、缓释有效氮含量(以仅热水溶性氮计)、净含量、生产企业名称、地址即可。

7.2 产品为异丁叉二脲(IBDU)和丁烯叉二脲(CDU)时,应在包装袋上标明产品名称及所含脲醛种类、总氮含量、缓释有效氮含量(以冷水不溶性氮 CWIN 计),其余执行 GB 18382。采用吨包装时,仅标明产品名称及所含脲醛种类、总氮含量、缓释有效氮含量(以冷水不溶性氮计)、净含量、生产企业名称、地址即可。

7.3 产品为脲醛缓释氮肥、脲醛缓释复合肥料、脲醛缓释掺混肥料中的一种时,应在包装容器上肥料名称中标有“缓释”字样,应标明缓释有效氮的含量(脲醛缓释氮肥以冷水不溶性氮 CWIN 计,脲醛缓释复合肥料以脲醛氮 UFN 计,脲醛缓释掺混肥以冷水不溶性氮 CWIN 计),冷水不溶性氮 CWIN 应注明缓释氮的形式,如脲甲醛(UF/MU)、异丁叉二脲(IBDU)、丁烯叉二脲(CDU)。其余执行 GB 18382。

7.4 产品外包装袋上应有使用说明,内容包括:警示语(如:“氮含量较高使用不当会对作物造成伤害”、“含缩二脲,使用不当会对作物造成伤害”等)、使用方法、适宜作物或不适宜作物、建议使用量等。

7.5 每袋净含量应标明单一数值,如 50 kg。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品包装材料应符合 GB/T 8569 的规定。每袋净含量分别为： $(1\,000 \pm 10)$ kg、 (50 ± 0.5) kg、 (40 ± 0.4) kg、 (25 ± 0.2) kg、 (20 ± 0.2) kg、 (10 ± 0.1) kg、 (5 ± 0.05) kg、 (1 ± 0.01) kg，平均每袋净含量不得低于 1 000 kg、50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、20.0 kg、10.0 kg、5.0 kg、1.0 kg。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 在标明的每袋净含量范围内的产品中有添加物时，应与原物料混合均匀，不得以小包装形式放入包装袋中。

8.3 产品应贮存于阴凉干燥处，在运输过程中应防雨、防潮、防晒、防破裂。

附录 A
(资料性附录)

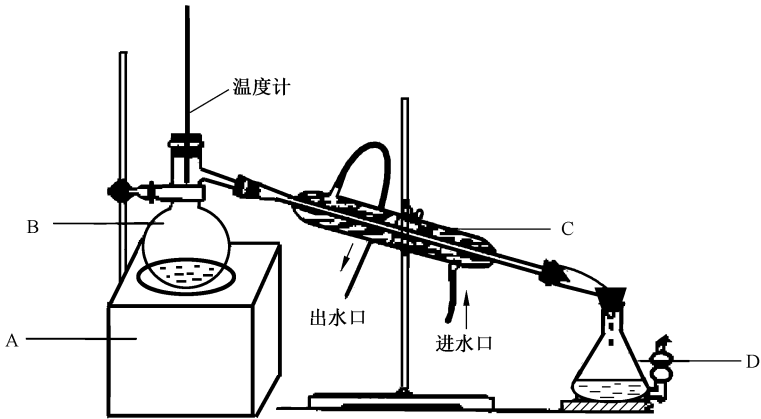
脲醛缓释复合肥料中脲醛氮(UFN)含量的测定 间接法

A.1 方法提要

过量尿素和甲醛反应生成系列脲醛混合产物,混合产物中脲醛氮的量和参与反应的甲醛量存在关系,测定参与反应的甲醛量,可推算脲醛氮含量。在酸性条件下,控制一定的温度,可分解出脲醛混合物中的甲醛,用氧化剂将甲醛氧化成甲酸,通过酸碱滴定,得到甲醛的含量,进而得出脲醛氮的含量。

A.2 仪器设备

- A.2.1 通常实验室用仪器。
- A.2.2 油浴锅:220 V,温度范围 0℃~300℃,精度范围±1℃。
- A.2.3 滴定管:50 mL,酸式和碱式。
- A.2.4 温度计:0℃~300℃。
- A.2.5 分析天平。
- A.2.6 蒸馏仪器及加热装置:按图 A.1 配置。



说明:
A——油浴锅;
B——1 000 mL 蒸馏瓶;
C——冷凝管;
D——500 mL 双球吸收瓶。

图 A.1 蒸馏装置图

A.3 试剂和材料

- A.3.1 正磷酸:含量 85%。
- A.3.2 双氧水:含量 3%。
- A.3.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$ 。

A.3.4 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.5\text{ mol/L}$ 。

A.3.5 甲基红指示剂。

A.4 试样制备

将缩分好的样品用研磨器或研钵研磨至所有样品都通过 0.50 mm 孔径筛,操作要迅速,以免在研磨过程中失水或吸潮,并要防止样品过热。将研磨后的样品充分混匀,作为试样备用。

A.5 实验步骤

A.5.1 按表 A.1 给出的称样量范围准确称取 0.5 g~2.0 g(精确至 0.000 2 g)试样置于蒸馏瓶中,加入 25 mL 正磷酸(A.3.1)和 300 mL 水,摇匀,将蒸馏瓶放入油浴中,将温度计插入如图 A.1 所示的位置,将蒸馏瓶连接到蒸馏装置上。

表 A.1 称样量范围

尿素和甲醛摩尔比	(1.5~3) : 1	(4~6) : 1	(7~9) : 1
称样量/g	0.5~1	1~1.5	1.5~2

A.5.2 于双球吸收瓶中,准确加入氢氧化钠标准滴定溶液(A.3.3)50.0 mL、双氧水(A.3.2)60.0 mL、4 滴~5 滴指示剂(A.3.5),将吸收瓶连接到蒸馏装置上。

A.5.3 开启冷凝水,同时开启油浴锅,调节供热强度,保持蒸馏瓶内液体微沸及蒸馏瓶支管口温度计温度至 110 ℃,蒸馏出 250 mL~300 mL 馏出液后(双球吸收瓶中液面在满一个球位置),停止蒸馏。

A.5.4 用盐酸标准滴定溶液(A.3.4)滴定,至溶液由黄色变为红色,并保持 30 s 不褪色,即为终点,记录消耗盐酸标准滴定溶液的体积。

A.5.5 同时进行空白实验。

A.6 分析结果的表述

A.6.1 甲醛的质量分数 $w_{\text{甲醛}}$,数值以%表示,按式(A.1)计算:

$$w_{\text{甲醛}} = \frac{(V_0 - V)c \times 30.03}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗盐酸标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——测定时所消耗盐酸标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

30.03——甲醛摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

A.6.2 脲醛氮的质量分数 $w_{\text{脲醛氮}}$,数值以%表示,按式(A.2)计算:

$$w_{\text{脲醛氮}} = \frac{w_{\text{甲醛}} \times m}{30.03 \times q} \times 14.01 \times p \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

$w_{\text{甲醛}}$ ——甲醛的质量分数,%;

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

- 30.03——甲醛摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);
 q ——甲醛的个数, $q=1,2,3,4$;
14.01——氮的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);
 p ——对应于甲醛个数的氮的个数, $p=4,6,8,10$ 。

A.7 允许差

甲醛平行测定结果的绝对差值不大于 0.30%。
甲醛不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.50%。
