



中华人民共和国国家标准

GB/T 34763—XXXX
代替GB/T 34763—2017

脲醛缓释肥料

Urea aldehyde slow release fertilizer

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

(本草案完成时间：)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 34763—2017《脲醛缓释肥料》，与GB/T 34763—2017相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 删除了缓释肥料和脲醛氮的术语和定义（见2017年版的3.1和3.2）；
- 增加了亚甲基脲、异丁叉二脲、丁烯叉二脲的术语和定义（见3.3、3.4、3.5）；
- 更改了脲甲醛（UF）和亚甲基脲（MU）的技术要求（见表1，2017年版的表1），更改了脲醛缓释氮肥、脲醛缓释复合肥料、脲醛缓释掺混肥料的技术要求（见表3，2017年版的表3）；
- 增加了产品中有毒有害物质的限量要求（见4.3）；
- 更改了要素“采样方案”为“取样”（见第5章，2017年版的6.3）；
- 增加了脲醛缓释掺混肥料取样和缩分的规定（见5.1.1.3和5.2.2）；
- 更改了要素“标识”为“标识和质量证明书”（见第8章，2017年版的第7章）；
- 增加了异丁叉二脲（IBDU）和丁烯叉二脲（CDU）含量测定的高效液相色谱方法（见附录B），增加了亚甲基脲（MU）测定的高效液相色谱方法（见附录C）；
- 增加了IBDU和CDU的色谱图（见附录D），增加了urea、MDU、DMTU和TMTU的色谱图（见附录E）；
- 增加了尿素氮（UN）含量测定的高效液相色谱方法（见附录F）；
- 增加了脲醛样品中尿素的色谱图（见附录G）。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会（SAC/TC105）归口。

本文件起草单位：上海化工院检测有限公司、住商肥料（青岛）有限公司、五洲丰农业科技有限公司、上海化工研究院有限公司、佛山住商肥料有限公司、山东优麦吉农业科技有限公司、潍坊市坊子区计量测试所、山东师范大学、辽宁东北丰专用肥有限公司、大连沃稞技术开发有限公司、龙麟大地农业有限公司、辽宁芦田肥业有限公司、优孚（四川）新材料有限公司、九禾股份有限公司、宜都兴发化工有限公司、山东明泉现代农业服务股份有限公司、瑞星集团股份有限公司、山东省产品质量检验研究院。

本文件主要起草人：段路路、周庆云、刘瑞鹏等。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2017年首次发布为GB/T 34763—2017；
- 本次为第一次修订。

脲醛缓释肥料

1 范围

本文件规定了脲醛缓释肥料要求、取样、试验方法、检验规则、标识和质量证明书、包装、运输和贮存。

本文件适用于脲甲醛、亚甲基脲、异丁叉二脲、丁烯叉二脲、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

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6274—2025 肥料、土壤调理剂和有益物质 术语
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 真空干燥箱法
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 复合肥料中钙、镁、硫含量的测定
GB/T 21633 掺混肥料（BB肥）
GB/T 22924 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
GB 38400 肥料中有毒有害物质的限量要求
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

GB/T 6274界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

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。

3.2

脲甲醛 **urea formaldehyde; UF**

尿素和甲醛反应制成的缓效氮肥。

注：主要为较低相对分子质量的 $\text{NH}_2\text{—CO—(NHCH}_2\text{CONH)}_n\text{NH}_2$ ($1 \leq n \leq 8$) 形式的亚甲基脲的混合物。

[来源：GB/T 6274—2025, 3.2.1.18]

3.3

亚甲基脲 methylene urea; MU

经尿素和甲醛反应生成的低聚物或加合物。

注：是一种缓效氮肥，主要成分包括冷水中可溶的亚甲基二脲（MDU）和二亚甲基三脲（DMTU），热水中可溶的三亚甲基四脲（TMTU）和四亚甲基五脲（TMPU），以及热水中不溶的更长链低聚物。该产品通常不含羟甲基脲和羟甲基醚，是一种缓效氮的来源。

[来源：GB/T 6274—2025, 3.2.1.18.1, 有修改]

3.4

异丁叉二脲 isobutylidene diurea; IBDU

尿素和异丁醛反应制成的缓释氮肥。

注：其溶解度随颗粒的增大而降低。

[来源：GB/T 6274—2025, 3.2.1.19]

3.5

丁烯叉二脲 crotonylidene diurea; CDU

尿素和丁烯醛反应制成的缓释氮肥。

[来源：GB/T 6274—2025, 3.2.1.20]

3.6

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。

3.7

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。

3.8

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。

3.9

冷水不溶性氮 cold water insoluble nitrogen, CWIN

肥料经25℃的pH 7.5磷酸盐缓冲溶液浸提15min，未溶出的氮。

3.10

热水不溶性氮 hot water insoluble nitrogen, HWIN

肥料经100℃的pH 7.5磷酸盐缓冲溶液浸提30min，未溶出的氮。

3.11

热水溶解氮 hot water soluble nitrogen, HWSN

肥料经100℃的pH 7.5磷酸盐缓冲溶液浸提30min，溶出的氮。

注：热水溶解氮等于总氮与热水不溶性氮的差值。

3.12

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

不溶于25℃的pH 7.5磷酸盐缓冲溶液但可以在100℃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。

3.13

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）、亚甲基脲（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。

3.14

活性系数 activity index; AI

表征冷水不溶性氮在土壤中转化成有效氮的比率。

注：AI = (CWIN - HWIN) × 100% / CWIN。

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 技术指标

4.2.1 脲甲醛（UF）和亚甲基脲（MU）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）、亚甲基脲（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
热水溶性氮（HWSN）的质量分数/%	≥ 21.6
活性系数（AI）/%	≥ 40
水分（H ₂ O）的质量分数 ^a /%	≤ 3.0
粒度（1.00mm~4.75mm或3.35mm~5.60mm） ^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
冷水不溶性氮（CWIN）的质量分数/%	≥	25.0
水分（H ₂ O）的质量分数 ^a /%	≤	3.0
粒度（1.00mm~4.75mm或3.35mm~5.60mm） ^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产品的粒度可由供需双方协议确定。		

4.2.2 脲醛缓释氮肥、脲醛缓释复合肥料和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 ^a /%	≥	标明值
总氮（TN）的质量分数 ^b /%	≥	19.0
单一中量元素的质量分数（以单质计） ^c /%	有效钙	≥ 1.0
	有效镁	≥ 1.0
	总硫	≥ 2.0
单一微量元素的质量分数（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%；脲醛缓释复合肥料缓释有效氮（以脲醛氮 UFN 计）应不小于 2.0%；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%。冷水不溶性氮 CWIN 应注明缓释氮的形式，如脲甲醛（UF）、亚甲基脲（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、硫时检测本项目。 ^d 包装容器标明含有铜、铁、锰、锌、硼、钼时检测本项目，钼元素的质量分数不高于0.5%。		

4.3 有毒有害物质的限量要求

包装容器或使用说明中标明适用于种肥同播的产品缩二脲含量应≤0.8%，其他有毒有害物质的限量要求执行GB 38400。

5 取样

5.1 合并样品的采取

5.1.1 袋装产品

5.1.1.1 每批产品总袋数不超过 512 袋时，按表 4 确定采样袋数；每批产品总袋数大于 512 袋时，按式(1)计算结果确定最少采样袋数，如遇小数，则进为整数。

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (1)$$

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
126~151	16	451~512	24
152~181	17	—	—

5.1.1.2 包装规格不大于 50kg 时，按表 4 或式（1）计算结果随机抽取一定袋数，用取样器沿每袋最长对角线插入至袋的 3/4 处，每袋取出不少于 100g 样品，每批采取总样品量不少于 2kg。包装规格大于 50kg 时，按表 4 或式（1）计算结果随机抽取一定袋数，用取样器分别从包装袋上开口中心位置垂直向下、向左、向右三个方向插入至袋的 3/4 处取样，每袋取出不少于 300g 样品，每批产品采取的合并样品量不少于 2kg。

5.1.1.3 脲醛缓释掺混肥料的取样按 GB/T 21633 规定执行。

5.1.2 散装及吨包装产品

散装产品及吨包装产品按GB/T 6679规定进行。

5.2 样品缩分

5.2.1 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 1kg，再缩分成两份，分装于两个洁净、干燥的 500mL 具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中（生产企业质检部门可用洁净干燥的塑料自封袋盛装样品），密封并贴上标签，注明生产企业名称、产品名称、产品类别、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。

5.2.2 脲醛缓释掺混肥料的缩分按 GB/T 21633 规定执行。

5.3 样品制备

由5.2中取一瓶样品，经多次缩分后取出约100g，迅速研磨至全部通过0.50mm试验筛，混合均匀，置于洁净、干燥的样品瓶中，供含量测定用。余下样品供外观、粒度测定。

6 试验方法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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。

6.1 一般规定

本文件中所用试剂、溶液和水，在未标明规格和配制方法时，均应符合HG/T 2843的规定。除外观和粒度外，均做两份试料的平行测定。

6.2 外观

目视法测定。

6.3 总氮（TN）含量

按GB/T 8572中的规定进行。

6.4 尿素氮（UN）含量

6.4.1 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。

6.4.2 试剂和材料

6.4.2.1 脲酶：98%， $-2^{\circ}\text{C}\sim 8^{\circ}\text{C}$ 贮存，活性要求：不大于0.5g的脲酶应能使0.25g尿素完全分解，使用前检查。

6.4.2.2 乙醇：95%。

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

6.4.2.4 溴甲酚绿-甲基橙混合指示液。

6.4.2.5 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。

6.4.3 仪器设备

6.4.3.1 通常实验室用仪器。

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

6.4.3.3 振荡器：频率60次/分钟。

6.4.4 试验步骤

6.4.4.1 试液制备

称取约5g试样（精确到0.000 2g）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。

6.4.4.2 测定

用移液管移取 $V_1\text{mL}$ 试液（含相当于0.1g尿素）于300mL锥形瓶中，加入4滴指示液（6.4.2.4），用硫酸标准滴定溶液（6.4.2.3）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 $V_1\text{mL}$ 试液于300mL锥形瓶中，加入 V_0 毫升的硫酸标准滴定溶液，加入25mL中性脲酶溶液（6.4.2.5），塞紧瓶塞。用力振荡2min，在 40°C 水浴中静置30min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 。

6.4.5 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（2）计算：

$$w_1 = \frac{c_1(V_2 - V_3) \times 14.01}{m_1 \times 1000 \times V_1 / 500} \times 100 = \frac{c_1(V_2 - V_3)}{m_1 \times V_1} \times 700.5 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- c_1 ——硫酸标准滴定溶液的浓度，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，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，单位为毫升（mL）；
- 14.01 ——氮的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
- m_1 ——试样质量，单位为克（g）；
- V_1 ——测定时移取试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- 500 ——试样溶液总体积，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。

6.4.6 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%。

6.5 冷水不溶性氮（CWIN）含量

6.5.1 方法提要

试样经25℃、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。

6.5.2 试剂和材料

- 6.5.2.1 硫酸。
- 6.5.2.2 无水乙醇。
- 6.5.2.3 混合催化剂：将1000g硫酸钾和50g五水硫酸铜充分混合，并仔细研磨。
- 6.5.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.5\text{mol/L}$ 。
- 6.5.2.5 氢氧化钠溶液：400g/L。
- 6.5.2.6 硫酸溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{mol/L}$ 。
- 6.5.2.7 磷酸盐缓冲溶液：pH值为7.5。将14.3g磷酸二氢钾和91.0g磷酸氢二钾溶解在水中，稀释至1000mL。取100mL再用水稀释到1000mL。
- 6.5.2.8 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

6.5.3 仪器和设备

- 6.5.3.1 通常实验室用仪器。
- 6.5.3.2 水浴：温度可控制在 $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。
- 6.5.3.3 消化仪器及加热装置：按GB/T 8572配置。
- 6.5.3.4 蒸馏仪器及加热装置：按GB/T 8572配置。

6.5.3.5 防暴沸颗粒或防暴沸装置：按 GB/T 8572 配置。

6.5.4 分析步骤

称取约1g试样（精确至0.0002g）于50mL锥形瓶中，向锥形瓶中加入少量乙醇，再加入25℃的磷酸盐缓冲溶液（6.5.2.7）20mL，在25℃±2℃的水浴中放置15min，放置期间每5min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250mL为止。按6.3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。

6.5.5 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（3）计算：

$$w_2 = \frac{(V_4 - V_5)C_2 \times 14.01}{m_2 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

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

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

14.01——氮的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m_2 ——试料的质量，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。

6.5.6 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%。

6.6 热水不溶性氮（HWIN）含量的测定及活性系数（AI）的计算

6.6.1 方法提要

试样经100℃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。

6.6.2 试剂和材料

6.6.2.1 6.5.2 中的全部试剂和材料。

6.6.2.2 碳酸钙。

6.6.2.3 硅藻土。

6.6.2.4 中速滤纸。

6.6.3 仪器设备

6.6.3.1 通常实验室用仪器。

6.6.3.2 水浴：温度可以控制在100℃±2℃。

6.6.3.3 其它同6.5.3.3、6.5.3.4、6.5.3.5。

6.6.4 分析步骤

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

向碘量瓶中加入100℃的磷酸盐缓冲溶液（6.5.2.7）100mL，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10min轻轻搅拌一次的状态下加热30min后，从水浴中取出碘量瓶并立即过滤，用约100mL沸水将滤纸上的不溶物充分冲洗。应在4min内、且在滤液出现絮状物前或温度降至60℃前过滤完毕。

若过滤时间超过4min，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1g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6.3测定总氮含量的方法测定。同时进行空白试验。

6.6.5 分析结果的表述

6.6.5.1 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（4）计算：

$$w_3 = \frac{(V_6 - V_7)c_3 \times 14.01}{m_3 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

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

V_7 ——测定时，消耗氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c_3 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

14.01——氮的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m_3 ——试样质量，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。

6.6.5.2 活性系数（AI）

活性指数（AI），数值以%表示，按式（5）计算：

$$AI = \frac{w_2 - w_3}{w_2} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

6.6.6 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%。

6.7 脲醛缓释复合肥料中脲醛氮（UFN）含量（差减法）

6.7.1 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。

6.7.2 脲醛缓释复合肥料中混合氮（尿素氮和铵态氮）的测定

6.7.2.1 方法提要

在pH值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。

6.7.2.2 试剂和材料

- 6.7.2.2.1 脲酶：同 6.4.2.1。
- 6.7.2.2.2 轻质氧化镁。
- 6.7.2.2.3 硫酸标准滴定溶液： $c(1/2H_2SO_4)=0.5\text{mol/L}$ 。
- 6.7.2.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(NaOH)=0.5\text{mol/L}$ 。
- 6.7.2.2.5 甲基红-亚甲基兰混合指示液。
- 6.7.2.2.6 中速滤纸。

6.7.2.3 仪器和设备

- 6.7.2.3.1 通常实验室用仪器。
- 6.7.2.3.2 水浴：温度可控制在 $40^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。
- 6.7.2.3.3 振荡器：往复式，频率 60 次/分钟。
- 6.7.2.3.4 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。

6.7.2.4 试验步骤

6.7.2.4.1 试液制备

称取约5g试料（精确至0.0002g）于500mL容量瓶中，加入200mL水，室温振荡30min。再加水至刻度，混匀，用中速滤纸干过滤，弃去最初滤液25mL后，保留至少100mL滤液备用。

6.7.2.4.2 测定

用移液管移取 V_8 mL滤液（混合氮含量约在20mg~100mg之间）于50mL烧杯中，加入25mL水，滴加硫酸标准滴定溶液（6.7.2.2.3）或氢氧化钠标准滴定溶液（6.7.2.2.4），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1000mL圆底烧瓶中，加入25mL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（6.7.2.2.1），密封后充分摇匀，将烧瓶置于 $40^\circ\text{C} \sim 45^\circ\text{C}$ 水浴中保温1h（期间充分摇动数次）后冷却。向烧瓶中加入3g轻质氧化镁（6.7.2.2.2）后，加入200mL水，摇动后连接到蒸馏装置上（6.7.2.3.4）。

准确加入20mL硫酸标准滴定溶液（6.7.2.2.3）于双球接收器中，加4~5滴甲基红-亚甲基兰混合指示液（6.7.2.2.5），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} 。

6.7.2.5 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：

$$w_{混} = \frac{(V_{10}-V_9)c_4 \times 14.01}{m_4 \times 1000 \times \frac{V_8}{500}} \times 100 = \frac{(V_{10}-V_9)c_4}{m_4 \times V_8} \times 700.5 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

c_4 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

- V_9 ——测定时消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积，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体积，单位为毫升（mL）；
 14.01——氮的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
 m_4 ——试料质量，单位为克（g）；
 V_8 ——测定时移取试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；
 500——试样溶液总体积，单位为毫升（mL）。

6.7.3 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：

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

式中：

- $w_{\text{总}}$ ——按6.3测得的总氮的质量分数，以%表示；
 $w_{\text{混}}$ ——混合氮的质量分数，以%表示；

6.7.4 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%。

6.8 水分

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

6.9 中量元素含量的测定

6.9.1 有效钙、有效镁含量的测定

按GB/T 19203进行测定。

6.9.2 总硫含量的测定

按GB/T 19203进行测定。

6.10 微量元素含量的测定

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

6.11 粒度的测定

按GB/T 24891进行测定。

6.12 有毒有害物质的测定

按GB 38400进行测定。

7 检验规则

7.1 检验类别及检验项目

产品检验包括出厂检验和型式检验。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。型式检验项目包括第4章的全部项目，在下列情况时应进行型式检验：

- 正式生产后，如原料、工艺及设备发生较大改变，可能影响产品质量指标时；
- 正式生产时，定期或积累到一定量后进行，缩二脲每六个月至少检验一次，4.3中的其他有毒有害物质含量每两年至少检验一次；
- 长期停产后恢复生产时；
- 政府监管部门提出型式检验要求时。

7.2 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。

7.3 结果判定

7.3.1 本文件中产品质量指标合格判定，采用 GB/T 8170 中“修约值比较法”。

7.3.2 生产企业按本文件要求进行出厂检验和型式检验。检验项目全部符合本文件要求时，判该批产品合格。

7.3.3 生产企业进行的出厂检验或型式检验结果中如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自同批二倍量的包装容器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文件要求，判该批产品不合格。

8 标识和质量证明书

8.1 产品为脲甲醛（UF）或亚甲基脲（MU）时，在包装袋上标明产品名称、本文件编号及所含脲醛种类（如 UF 或 MU）、总氮含量、仅热水溶性氮含量、活性系数；采用吨包装时，仅标明产品名称、本文件编号及所含脲醛种类、总氮含量、仅热水溶性氮含量、净含量、生产企业名称、地址即可。

8.2 产品为异丁叉二脲（IBDU）或丁烯叉二脲（CDU）时，在包装袋上标明产品名称、本文件编号及所含脲醛种类（如 IBDU 或 CDU）、总氮含量、冷水不溶性氮含量；采用吨包装时，仅标明产品名称、本文件编号及所含脲醛种类、总氮含量、冷水不溶性氮含量、净含量、生产企业名称、地址即可。

8.3 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，应在包装容器上标明产品名称、本文件编号、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）、亚甲基脲（MU）、异丁叉二脲（IBDU）、丁烯叉二脲（CDU）。

8.4 若加入中量元素和（或）微量元素，可按中量元素和（或）微量元素（均以元素单质计）分别标明各单一元素含量，单一中量元素中有效钙、有效镁含量低于 1.0%、总硫含量低于 2.0%、单一微量元素含量低于 0.02% 的不应标注。

8.5 若在产品包装容器上标明本文件要求之外的肥料添加物，应在包装容器上标明添加物名称、作用、含量及相应的检验方法标准。

8.6 产品外包装袋上应有使用说明，内容包括：警示语（如“氯含量较高，使用不当会对作物和土壤造成伤害”、“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。

8.7 其余按 GB 18382 的规定执行。

8.8 每批检验合格的出厂产品应附有质量证明证书，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本文件编号。

9 包装、运输和贮存

9.1 产品用符合 GB/T 8569 规定的材料进行包装。包装规格为 1000kg、50kg、40kg、25kg、20kg、10kg、5kg、1kg。每袋净含量分别为： (1000 ± 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。每批产品平均每袋净含量不应低于 1000kg、50.0kg、40.0kg、25.0kg、20.0kg、10.0kg、5.0kg、1.0kg。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。

9.2 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，不应以小包装形式放入包装袋中。

9.3 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)

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

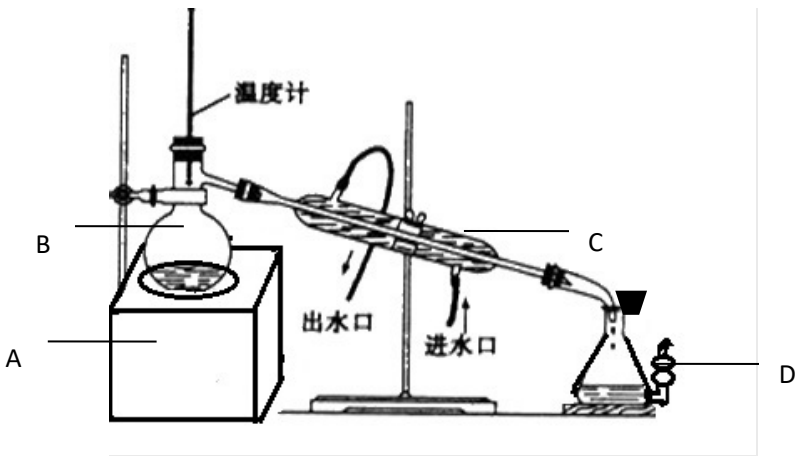
过量尿素和甲醛反应生成系列脲醛混合产物，混合产物中脲醛氮的量和参与反应的甲醛量存在关系，测定参与反应的甲醛量，可推算脲醛氮含量。在酸性条件下，控制一定的温度，可分解出脲醛混合物中的甲醛，用氧化剂将甲醛氧化成甲酸，通过酸碱滴定，得到甲醛的含量，进而得出脲醛氮的含量。

A. 2 试剂或材料

- A. 2. 1 正磷酸：含量85%。
- A. 2. 2 双氧水：含量3%。
- A. 2. 3 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.5\text{mol/L}$ 。
- A. 2. 4 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) = 0.5\text{mol/L}$ 。
- A. 2. 5 甲基红指示剂。

A. 3 仪器设备

- A. 3. 1 通常实验室用仪器。
- A. 3. 2 油浴锅：220V，温度范围 $0^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ ，精度范围 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。
- A. 3. 3 滴定管：50mL，酸式和碱式。
- A. 3. 4 温度计： $0^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ 。
- A. 3. 5 分析天平：分度值为0.1mg。
- A. 3. 6 蒸馏仪器及加热装置：按图A. 1配置。



图A. 1 蒸馏装置图

说明：

- A——油浴锅；
- B——1000mL蒸馏瓶；

C——冷凝管；

D——500mL双球吸收瓶。

A.4 试验步骤

A.4.1 按表A.1给出的称样量范围准确称取0.5g~2.0g（精确至0.000 2g）研磨过的试样置于蒸馏瓶中，加入25ml正磷酸(A.2.1)和300mL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.4.2 于双球吸收瓶中，准确加入氢氧化钠标准滴定溶液(A.2.3) 50.0mL、双氧水(A.2.2) 60.0mL、4~5滴指示剂(A.2.5)，将吸收瓶连接到蒸馏装置上。

A.4.3 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250mL~300mL馏出液后(双球吸收瓶中液面在满一个球位置)，停止蒸馏。

A.4.4 用盐酸标准滴定溶液(A.2.4)滴定，至溶液由黄色变为红色，并保持30s不褪色，即为终点，记录消耗盐酸标准滴定溶液的体积。

A.4.5 同时进行空白实验。

A.5 分析结果的表述

A.5.1 甲醛的质量分数 $w_{\text{甲醛}}$ ，数值以%表示，按A.1计算：

$$w_{\text{甲醛}} = \frac{(V_0 - V)c \times 30.03}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

V_0 ——空白试验消耗盐酸标准溶液体积，单位为毫升（mL）；

V ——测定时消耗盐酸标准溶液体积，单位为毫升（mL）；

c ——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试料质量，单位为克（g）；

30.03 ——甲醛的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

A.5.2 脲醛氮的质量分数 w ，数值以%表示，按A.2计算：

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

式中：

m ——试料质量，单位为克（g）；

14.01 ——氮的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

30.03 ——甲醛的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

q ——甲醛的个数， $q=1,2,3,4$ ；

p ——对应于甲醛个数的氮的个数， $p=4, 6, 8, 10$ 。

A.6 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%。

附录 B

(资料性)

异丁叉二脲 (IBDU) 和丁烯叉二脲 (CDU) 含量的测定 高效液相色谱法

B.1 方法提要

样品用水提取, 经过适当稀释后, 用高效液相色谱法测定异丁叉二脲 (IBDU) 和丁烯叉二脲 (CDU) 的含量。

B.2 试剂或材料

B.2.1 本方法中所使用的水, 在未说明规格时, 应符合GB/T 6682中的一级水规格。

B.2.2 乙腈: 色谱纯。

B.2.3 流动相: 水900 mL+乙腈100 mL, 使用前用0.45 μm 滤膜过滤, 并超声脱气。

B.2.4 异丁叉二脲: 标准物质或纯品。

B.2.5 丁烯叉二脲: 标准物质或纯品。

B.2.6 异丁叉二脲储备液: 100mg/L。称取100/R mg IBDU (R为IBDU的纯度), 置于1000mL容量瓶中, 加入约900mL水。在超声波清洗器中溶解约10分钟, 然后在磁力搅拌器中搅拌约1小时, 定容至刻度, 摇匀, 无需过滤。

B.2.7 丁烯叉二脲储备液: 100mg/L。称取100/R mg CDU (R为CDU的纯度), 置于1000mL容量瓶中, 加入约900mL水。在超声波清洗器中溶解约10分钟, 然后在磁力搅拌器中搅拌约1小时, 定容至刻度, 摇匀, 无需过滤。

B.3 仪器设备

B.3.1 实验室常用仪器设备。

B.3.2 分析天平, 分度值为0.1mg。

B.3.3 高效液相色谱仪, 带紫外检测器或二极管阵列检测器。

B.3.4 超声波清洗器。

B.3.5 磁力搅拌器。

B.3.6 水相微孔径滤膜, 孔径为0.45 μm 。

B.4 试验步骤

B.4.1 异丁叉二脲、丁烯叉二脲标准系列溶液的配制

按表B.1所示, 分别移取0.00 mL、0.50 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL异丁叉二脲储备液 (B.2.6), 置于6个25 mL容量瓶中, 用流动相 (B.2.3) 稀释至刻度, 摇匀。用0.45 μm 水相相微孔滤膜的针头过滤器过滤。现配现用。

按表B.1所示，分别移取0.00 mL、0.50 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL丁烯叉二脲储备液（B.2.7），置于6个25 mL容量瓶中，用流动相（B.2.3）稀释至刻度，摇匀。用0.45 μm水相相微孔滤膜的针头过滤器过滤。

表B.1 异丁叉二脲、丁烯叉二脲标准系列溶液

IBDU/CDU标准溶液体积（mL）	对应的IBDU/CDU质量浓度（mg/L）
0.00 ^a	0.0
0.50	2.0
2.00	8.0
4.00	16.0
8.00	32.0
10.00	40.0
^a 试剂空白溶液	

B.4.2 试样溶液的制备

平行做两份试验。

称取研磨过的试样1 g（精确至0.000 1 g），置于1000 mL容量瓶中，加入约900 mL水，在超声波清洗器中溶解约10分钟，然后在磁力搅拌器中搅拌约1小时，定容至刻度，摇匀，静置，用带0.45 μm水相微孔滤膜的针头过滤器过滤待分析的试样溶液。

B.4.3 高效液相色谱分析条件

推荐的高效液相色谱操作条件见表B.2，其它能达到同等分离程度的高效液相色谱操作条件均可使用。

表B.2 高效液相色谱推荐分析条件

色谱柱	C18 反相硅胶柱，填料粒度为 7 μm，柱长 250 mm，内径 4 mm
流动相	乙腈/水（V/V）=10/90
流速	1.0 mL/min
进样量	20 μL
柱温	室温
检测波长	200 nm

B.4.4 标准曲线的绘制

参照仪器操作条件，将液相色谱仪调节至最佳测定状态。分别进样20 μL，测定异丁叉二脲、丁烯叉二脲系列标准溶液（B.4.1），每个标准溶液重复测定两次，以测得的峰面积均值分别对应异丁叉二脲、丁烯叉二脲质量浓度（mg/L）绘制标准曲线，或求得线性回归方程。异丁叉二脲系列标准溶液现配现用。

B.4.5 试样溶液的测定

用测定标准溶液相同的操作条件测定试样溶液（B.4.2），测得峰面积，然后根据标准曲线或线性回归方程求得每份试样溶液中的异丁叉二脲或丁烯叉二脲质量浓度（mg/L）。若试样溶液中异丁叉二脲或丁烯叉二脲质量浓度过高，应适当稀释。

B.5 试验数据处理

B.5.1 异丁叉二脲的质量分数 w_{IBDU} ，数值以%表示，按式（B.1）计算：

$$w_{IBDU} = \frac{\rho_1 \times D \times V}{m_1 \times 10^4} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

ρ_1 ——由标准曲线或线性回归方程得出的试样溶液异丁叉二脲的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

D ——测定时试样溶液的稀释倍数；

V ——试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

m_1 ——试样的质量，单位为克（g）；

10^4 ——将毫克每千克换算成质量分数的系数。

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为测定结果。

B.5.2 丁烯叉二脲的质量分数 w_{CDU} ，数值以%表示，按式（B.2）计算：

$$w_{CDU} = \frac{\rho_2 \times D \times V}{m_2 \times 10^4} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中：

ρ_2 ——由标准曲线或线性回归方程得出的试样溶液丁烯叉二脲的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

D ——测定时试样溶液的稀释倍数；

V ——试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

10^4 ——将毫克每千克换算成质量分数的系数。

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为测定结果。

B.5.3 异丁叉二脲换算为氮的质量分数 $w_{N(IBDU)}$ ，数值以%表示，按式（B.3）计算：

$$w_{N(IBDU)} = w_{IBDU} \times 0.322 \dots\dots\dots (B.3)$$

式中：

0.322 ——将IBDU转换成氮的换算系数。

计算结果表示到小数点后一位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

B.5.4 丁烯叉二脲换算为氮的质量分数 $w_{N(CDU)}$ ，数值以%表示，按式（B.4）计算：

$$w_{N(CDU)} = w_{CDU} \times 0.326 \dots\dots\dots (B.4)$$

式中：

0.326 ——将CDU转换成氮的换算系数。

计算结果表示到小数点后一位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

B.5.5

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%。

附录 C

(资料性)

亚甲基脲 (MU) 的测定 高效液相色谱法

C.1 方法提要

样品用沸水提取,用高效液相色谱法测定亚甲基脲 (MU),能被检测出来的可溶性低聚物包括亚甲基二脲 (MDU)、二亚甲基三脲 (DMTU)、三亚甲基四脲 (TMTU)。此外,尿素作为亚甲基脲低聚物的伴随物也能被同时检出。

C.2 试剂或材料

C.2.1 本方法中所使用的水,在未说明规格时,应符合GB/T 6682中的一级水规格。

C.2.2 乙腈:色谱纯。

C.2.3 流动相:乙腈850 mL+水150 mL,使用前用0.45 μm 有机相微孔径滤膜过滤,并超声脱气。

C.2.4 尿素 (urea):标准物质或纯品。

C.2.5 亚甲基二脲 (MDU):标准物质或纯品。

C.2.6 二亚甲基三脲 (DMTU):标准物质或纯品。

C.2.7 三亚甲基四脲 (TMTU):标准物质或纯品。

C.2.8 尿素储备液:1000mg/L。称取100/R mg 尿素 (R为尿素的纯度),置于100mL容量中,加入约90 mL水。在超声波清洗器中溶解约10分钟,定容至刻度,摇匀。室温密封保存。上述储备液有效期为一周。

C.2.9 亚甲基二脲储备液:1000mg/L。称取50/R mg 亚甲基二脲 (R为亚甲基二脲的纯度),置于50mL容量中,加入约40mL水。在超声波清洗器中溶解约10分钟,定容至刻度,摇匀。室温密封保存。上述储备液有效期为三周。

C.2.10 二亚甲基三脲储备液:1000mg/L。称取50/R mg二亚甲基三脲 (R为二亚甲基三脲的纯度),置于50mL容量中,加入约40mL60℃水。在超声波清洗器中溶解约10分钟,定容至刻度,摇匀。室温密封保存。上述储备液有效期为三周。

C.2.11 三亚甲基四脲储备液:100mg/L。称取10/R mg三亚甲基四脲 (R为三亚甲基四脲的纯度),置于100mL容量中,加入约80mL100℃水。在超声波清洗器中溶解约10分钟,定容至刻度,摇匀。室温密封保存。上述储备液有效期为三周。

C.3 仪器设备

C.3.1 实验室常用仪器设备。

C.3.2 分析天平,分度值为0.1mg。

C.3.3 高效液相色谱仪,带紫外检测器或二极管阵列检测器。

C.3.4 超声波清洗器。

- C.3.5 磁力搅拌器。
- C.3.6 水相微孔径滤膜，孔径为0.45 μm。
- C.3.7 有机相微孔径滤膜，孔径为0.45 μm。

C.4 试验步骤

C.4.1 标准系列溶液的配制

按表C.1所示，分别移取0.00 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL尿素储备液(C.2.8)、亚甲基二脲储备液(C.2.9)、二亚甲基三脲储备液(C.2.10)、三亚甲基四脲储备液(C.2.11)，置于6个100 mL容量瓶中，加60℃水至近刻度，在超声波清洗器中溶解约10分钟，定容至刻度，摇匀。用0.45 μm水相相微孔滤膜的针头过滤器过滤。现配现用。在吸取储备液前，将二亚甲基三脲储备液(C.2.10)、三亚甲基四脲储备液(C.2.11)轻轻加热至60℃，以确保二亚甲基三脲(DMTU)和三亚甲基四脲(TMTU)完全溶解。

如果无法在短时间内进行进样，将标准系列溶液置于60℃的水浴中保存。进样前用带0.45 μm水相微孔滤膜的针头过滤器过滤标准系列溶液。

表C.1 标准系列溶液

标准溶液体积 (mL)	对应的urea质量浓度 (mg/L)	对应的MDU质量浓度 (mg/L)	对应的DMTU质量浓度 (mg/L)	对应的TMTU质量浓度 (mg/L)
0.00 ^a	0.0	0.0	0.0	0.0
1.00	10.0	10.0	10.0	1.0
2.50	25.0	25.0	25.0	2.5
5.00	50.0	50.0	50.0	5.0
7.50	75.0	75.0	75.0	7.5
10.00	100.0	100.0	100.0	10.0
^a 试剂空白溶液				

C.4.2 试样溶液的制备

平行做两份试验。

称取研磨过的试样0.5 g（精确至0.000 1 g），置于2000 mL烧杯中，加入约900 mL水，加热煮沸30min。转移到1000 mL容量瓶中，定容至刻度，摇匀，静置。如果无法在短时间内进行进样，将容量瓶置于60℃的水浴中保存。进样前用带0.45 μm水相微孔滤膜的针头过滤器过滤待分析的试样溶液。

C.4.3 高效液相色谱分析条件

推荐的高效液相色谱操作条件见表C.2，其它能达到同等分离程度的高效液相色谱操作条件均可使用。

表C.2 高效液相色谱推荐分析条件

色谱柱	氨基或氨丙基柱，填料粒度为 5 μm，柱长 250 mm，内径 4.6 mm
流动相	乙腈/水（V/V）=85/15
流速	1.0 mL/min
进样量	20 μL

柱温	60℃
检测波长	195 nm

C.4.4 标准曲线的绘制

参照仪器操作条件，将液相色谱仪调节至最佳测定状态。分别进样20 μL，测定标准系列溶液，每个标准溶液重复测定两次，以测得的峰面积均值分别对应尿素、亚甲基二脲、二亚甲基三脲、三亚甲基四脲质量浓度（mg/L）绘制标准曲线，或求得线性回归方程。

C.4.5 试样溶液的测定

用测定标准溶液相同的操作条件测定试样溶液（C.4.2），测得峰面积，然后根据标准曲线或线性回归方程求得每份试样溶液中尿素、亚甲基二脲、二亚甲基三脲、三亚甲基四脲质量浓度（mg/L）。若试样溶液中尿素、亚甲基二脲、二亚甲基三脲、三亚甲基四脲质量浓度过高，应适当稀释。

C.5 试验数据处理

C.5.1 尿素、亚甲基二脲、二亚甲基三脲、三亚甲基四脲的质量分数 w_{urea} 、 w_{MDU} 、 w_{DMTU} 、 w_{TMTU} ，数值以%表示，按式（C.1）计算（以 w_{MDU} 为例）：

$$w_{MDU} = \frac{\rho_{MDU} \times D \times V}{m \times 10^4} \dots\dots\dots (C.5)$$

式中：

ρ_{MDU} ——由标准曲线或线性回归方程得出的试样溶液亚甲基二脲的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

D ——测定时试样溶液的稀释倍数；

V ——试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

10^4 ——将毫克每千克换算成质量分数的系数。

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为测定结果。

C.5.2 尿素换算为氮的质量分数 $w_{N(urea)}$ ，数值以%表示，按式（C.2）计算：

$$w_{N(urea)} = w_{urea} \times 0.466 \dots\dots\dots (C.2)$$

式中：

0.466——将urea转换成氮的换算系数。

计算结果表示到小数点后一位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

C.5.3 亚甲基二脲换算为氮的质量分数 $w_{N(MDU)}$ ，数值以%表示，按式（C.3）计算：

$$w_{N(MDU)} = w_{MDU} \times 0.424 \dots\dots\dots (C.6)$$

式中：

0.424——将MDU转换成氮的换算系数。

计算结果表示到小数点后一位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

C.5.4 二亚甲基三脲换算为氮的质量分数 $w_{N(DMTU)}$ ，数值以%表示，按式（C.4）计算：

$$w_{N(DMTU)} = w_{DMTU} \times 0.412 \dots\dots\dots (C.4)$$

式中：

0.412——将DMTU转换成氮的换算系数。

计算结果表示到小数点后一位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

C.5.5 三亚甲基四脉换算为氮的质量分数 $w_{N(TMTU)}$ ，数值以%表示，按式（C.5）计算：

$$w_{N(TMTU)} = w_{TMTU} \times 0.406 \dots\dots\dots (C.5)$$

式中：

0.406——将TMTU转换成氮的换算系数。

计算结果表示到小数点后一位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

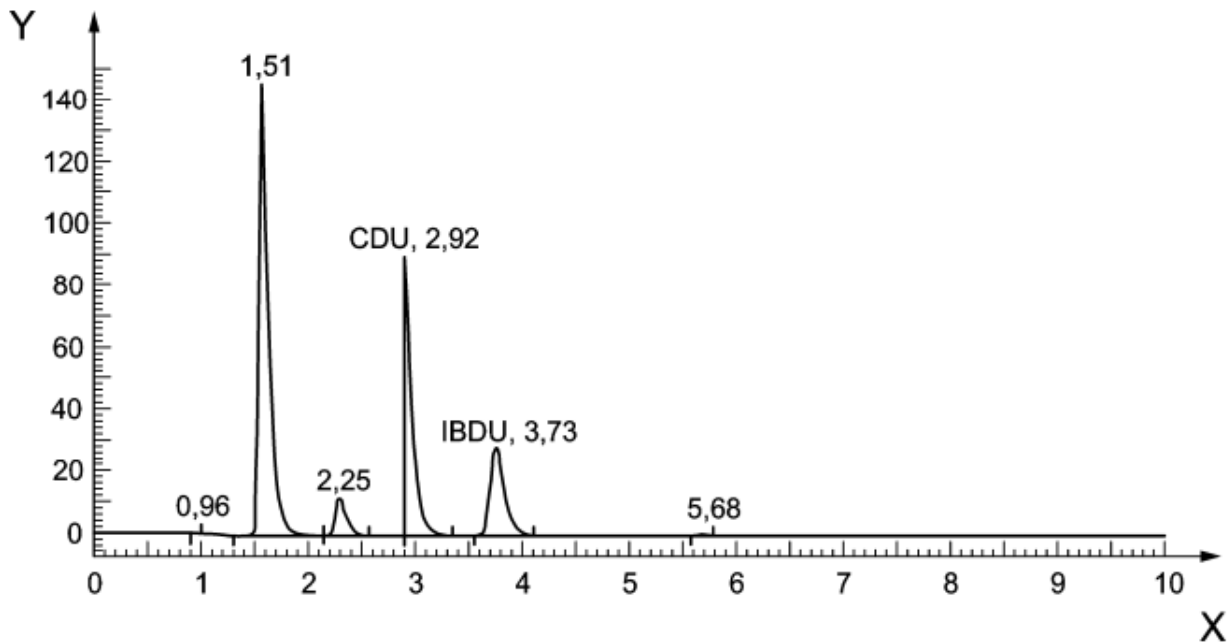
C.5.6

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%。

附录 D
(资料性)
IBDU 和 CDU 的色谱图

IBDU和CDU的色谱图见图D. 1。



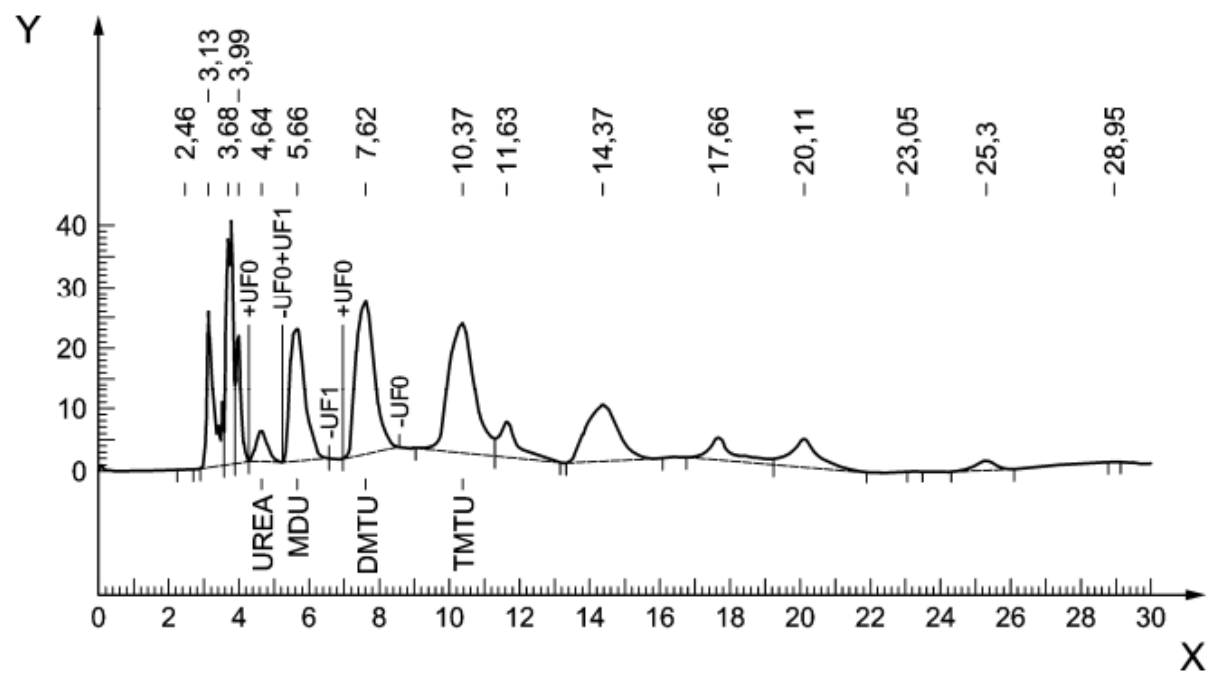
说明：
X——保留时间（min）；
Y——强度（mV）。

图D. 1 IBDU 和 CDU 的色谱图

附 录 E
(资料性)

urea、MDU、DMTU 和 TMTU 的色谱图

urea、MDU、DMTU和TMTU的色谱图见图E. 1。



说明:

X——保留时间 (min) ;

Y——强度 (mV) 。

图E. 1 urea、MDU、DMTU 和 TMTU 的色谱图

附录 F

(资料性)

尿素氮含量的测定 高效液相色谱法

F.1 方法提要

脲基肥料中的尿素经乙腈水流动相提取，基于高效液相色谱法以氨丙基柱或反相色谱柱将尿素与其他组分分离，用紫外检测器进行检测。

F.2 试剂或材料

F.2.1 水：GB/T 6682中的一级水。

F.2.2 乙腈：色谱纯。

F.2.3 流动相：150 mL水+850 mL乙腈。使用前用0.45 μm滤膜过滤，并超声脱气10 min。

F.2.4 尿素标准溶液，0.5 mg/mL：称取0.5 g高纯尿素，溶解于流动相（F.2.3）中，转移至1 L容量瓶中，用流动相（F.2.3）稀释至刻度，摇匀。

F.3 仪器设备

F.3.1 超声波清洗器。

F.3.2 高效液相色谱仪：配紫外检测器。

F.3.3 微量注射器：5 μL~50 μL。

F.3.4 针式过滤器：带0.45 μm有机相滤膜。

F.3.5 进样环：10 μL。

F.3.6 试验筛：孔径0.5 mm。

F.4 试验步骤

F.4.1 样品制备

F.4.1.1 固体样品：对于尿素，取缩分后的 500 g 样品作为试样；对于复合肥料，取缩分后的 100 g 样品进行研磨，直至全部通过 0.50 mm 筛，混匀，置于洁净干燥带盖样品瓶中。

F.4.1.2 液体样品：摇晃混匀后倾倒出约 100 mL，置于洁净干燥带盖样品瓶中。

F.4.2 样品溶液的制备

至少做两份样品的平行测定。

称取试样0.1 g~0.5 g（精确至0.000 2 g，约含尿素1 mg~2 mg）于25 mL烧杯中，加入10 mL流动相（F.2.3），置于超声波清洗器中，超声溶解10 min，冷却后转移至25 mL容量瓶中，并用流动相（F.2.3）定容，摇匀，静置，用带0.45 μm有机相滤膜的针式过滤器过滤得到待测溶液。

F.4.3 尿素标准工作溶液的配制

按表F.1所示，分别移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL尿素标准溶液（F.2.4），置于6个25 mL容量瓶中，用流动相（F.2.3）稀释至刻度线，摇匀。用带0.22 μm有机相滤膜的针式过滤器过滤。

表F.1 尿素标准工作溶液的配制

尿素标准溶液体积 mL	尿素质量 mg
0.00 ^a	0.00
0.50	0.25
1.00	0.50
3.00	1.50
5.00	2.50
10.00	5.00
^a 空白溶液	

F.4.4 高效液相色谱分析条件

高效液相色谱推荐分析条件见表F.2，其他能达到同等分离效果的高效液相色谱分析条件均可使用。

表F.2 高效液相色谱推荐分析条件

条件	色谱柱类型	
	氨基柱 ^a	反相色谱柱 ^b
流速 ^d	1.0 mL/min	1.0 mL/min
进样量	10 μL	20 μL
柱温	35 °C	35 °C
检测波长	195 nm	200 nm
^a 色谱柱示例：Phenomenex Spherex-NH ₂ ，260 mm×4.6 mm（货号 00G-0017-E0）；ThermoFisher APS-2 HYPERSIL，250 mm×4.6 mm，5 μm（货号 30705-254630）。		
^b 所用色谱柱：LiChroSpher RP-8，250 mm×4 mm，5 μm。		

宜根据不同的仪器设备和气候条件确定最佳分离条件。

F.4.5 标准曲线的绘制

参照仪器分析条件（表F.2），将高效液相色谱仪调节至最佳测定状态。将标准工作溶液（表F.1）分别进样10 μL，每个标准工作溶液至少重复测定两次，以测得的峰面积均值对应尿素质量绘制标准曲线或建立线性回归方程。

F.4.6 样品溶液的测定

在与测定标准工作溶液相同的条件下测定样品溶液，将测得的峰面积带入标准曲线或线性回归方程求得每份样品溶液中的尿素质量。完成测定后，先用流动相（F.2.3）冲洗色谱柱30 min，再用乙腈（F.2.2）冲洗色谱柱30 min，最后按操作程序关闭仪器。

F.5 结果计算和表述

F.5.1 样品中尿素的质量分数（w），以百分比（%）表示，按公式（F.1）计算：

$$w = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (F.1)$$

式中：

m_t ——与峰面积对应的由标准曲线或线性回归方程得出的样品溶液中的尿素质量，单位为毫克（mg）；
 m ——样品质量，单位为克（g）。
取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

F.5.2 尿素换算为氮的质量分数 $w_{N(urea)}$ ，数值以%表示，按式（F.2）计算：

$$w_{N(urea)} = w_{urea} \times 0.466 \dots\dots\dots (F.2)$$

式中：
0.466——将urea转换成氮的换算系数。
计算结果表示到小数点后一位，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

F.6 精密度

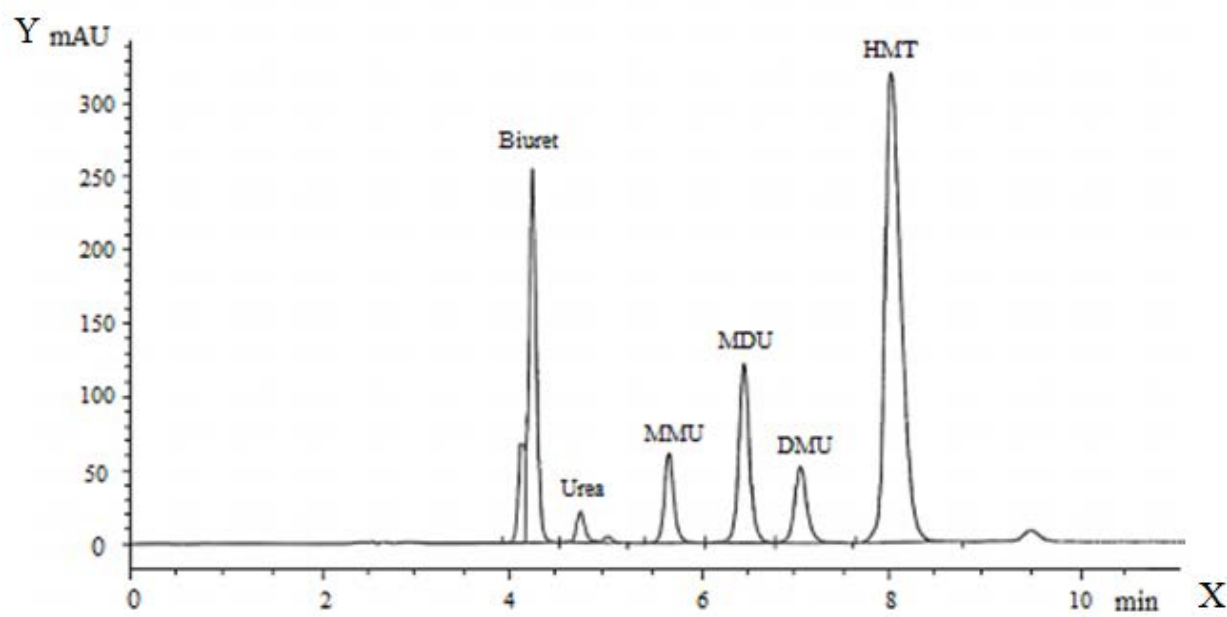
在不同实验室，由不同操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过5%，再现性限（ R ）应符合表3的要求。

表F.3 尿素含量测定结果的再现性限（ R ）

尿素含量（ w ）, %	再现性限（ R ）, %
≤10.0	$0.0582 w + 0.174$
>10.0	1.93

附 录 G
(资料性)
脲醛样品色谱图

脲醛样品色谱图见图G. 1



说明：
X——保留时间（min）；
Y——响应值（mAU）。

图G. 1 脲醛样品色谱图

参 考 文 献

- [1] ISO 25705:2016 Fertilizers — Determination of urea condensates using high-performance liquid chromatography (HPLC) — Isobutylidenediurea and crotonylidenediurea (method A) and methylen-urea oligomers (method B)
- [2] ISO 19746:2017 Determination of urea content in urea-based fertilizers by high performance liquid chromatography (HPLC)
-