

# 《尿素硝铵溶液》化工行业标准制定

## 编制说明（征求意见稿）

### 一、标准计划项目来源及背景

#### 1、项目来源

中华人民共和国工业和信息化部办公厅印发了 2013 年第三批行业标准制修订计划，项目编号：【2013-1199T-HG】，项目名称：《UAN 尿素硝铵溶液》，主管部门：中华人民共和国工业和信息化部原材料工业司，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等，完成时间：2014 年。本标准为推荐性行业标准。

#### 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、常压的液态氮肥，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在 100 万吨以内。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、四川金象赛瑞化工股份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。

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。

#### 四、 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和硝酸铵为原料生产的尿素硝铵溶液, 产品作为无土栽培、滴灌施肥、叶面喷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、术语及定义

详见标准征求意见稿。

##### 5 要求

###### 5.1 配方方案选择

美国 CF (绿植源)、俄罗斯 (Азпoh) 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。

###### 5.2 原料及样品分析

###### 5.2.1 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 <sub>3</sub> ），%	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
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 <sub>3</sub> ），%	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出

## 5.2.2 产品分析

5.2.2.1 采用固体硝酸铵、固体尿素或尿液配制尿素硝铵溶液（UAN-28），各批次产品分析数据见表 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 <sup>3</sup>	游离氨，mg/kg	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

5.2.2.2 采用固体硝酸铵、固体尿素或尿液配制尿素硝铵溶液（UAN-30），各批次产品分析数据见表 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 <sup>3</sup>	游离氨，mg/kg	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

5.2.2.3 采用固体硝酸铵、固体尿素或尿液配制尿素硝铵溶液（UAN-32），各批次产品分析数据见表 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 <sup>3</sup>	游离氨, mg/kg	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

### 5.3 尿素硝铵溶液技术指标的确定

#### 5.3.1 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 (绿植源) 指标一致, 美国 CF (绿植源) 标准硝态氮是以硝酸铵计、酰胺态氮以尿素计, 本标准也采用此种表示方法。具体数据见表 5。

表 5 本标准与美国 CF (绿植源) 标准技术指标对照

美国 CF (绿植源)				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, % $\geq$	28.0	30.0	32.0	总氮 (N) 的质量分数, % $\geq$	28.0	30.0	32.0
硝酸铵含量, %	36~42	38~45	41~48	硝酸铵的质量分数, %	36~42	38~45	41~48
尿素含量, %	29~33	30.5~35.6	32.6~38	尿素的质量分数, %	29~33	30~36	32~38
碱性条件下游离氨, % $\leq$	0.05	0.05	0.05	游离氨(NH <sub>3</sub> ), % $\leq$	0.05		

#### 5.3.2 缩二脲的指标确定

美国 CF (绿植源)、俄罗斯 (Аkpoh) 都无缩二脲指标, 而 GB2440《尿素》标准规定“缩二脲 $\leq 0.9\%$ ”。尿素的缩二脲在  $0.80\% \sim 0.94\%$  (见表 1) 范围, 尿液的缩二脲在  $0.34\% \sim 0.40\%$  (见表 1), 用尿液配制的尿素硝铵溶液的缩二脲在  $0.15\% \sim 0.43\%$  (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  $90 \sim 95^\circ\text{C}$ , 尿素浓度约为 72%, 缩二脲含量为  $0.6 \sim 0.7\%$ , 硝酸铵溶液温度一般在  $145 \sim 150^\circ\text{C}$ , 浓度约为 95%, 混合后温度在  $110^\circ\text{C}$  左右, 在高于  $70^\circ\text{C}$  时尿素就合成少量缩二脲, 在这么高的温度下缩二脲 $\leq 0.20\%$ , 很难达到; 用固体尿素和硝铵配制时, 需用蒸汽加热, 也很难达到缩二脲 $\leq 0.20\%$ 。采用欧洲标准缩二脲 $\leq 0.50\%$ , 比较合适。因此本标准确定缩二脲 $\leq 0.50\%$ 。

#### 5.3.3 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 5.5～8.0。

5.3.4 密度的指标确定

俄罗斯(Akpoh)标准中密度指标为 1.260～1.326，指标数据见表 6。本标准规定密度(20℃)为 1.2～1.4 g/ cm3。

表 6 本标准与俄罗斯（Akpo h）标准密度对照

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

5.3.5 水不溶物的指标确定

美国 CF（绿植源）、俄罗斯（Akpo h）都无水不溶物指标，而 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“水不溶物≤0.005%”。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%。

5.3.6 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数据

标准号	项目	指标
GB 23349-2009	汞及其化合物的质量分数(以 Hg 计)/%≤	0.000 5
	砷及其化合物的质量分数(以 As 计)/%≤	0.005 0
	镉及其化合物的质量分数（以 Cd 计）/%≤	0.001 0
	铅及其化合物的质量分数（以 Pb 计）/%≤	0.020 0
	铬及其化合物的质量分数(以 Cr 计)/%≤	0.050 0
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	汞及其化合物的质量分数(以 Hg 计)/%≤	0.000 5
	砷及其化合物的质量分数(以 As 计)/%≤	0.005 0
	镉及其化合物的质量分数（以 Cd 计）/%≤	0.001 0
	铅及其化合物的质量分数（以 Pb 计）/%≤	0.020 0

	铬及其化合物的质量分数(以 Cr 计)/%≤	0.050 0
--	------------------------	---------

本标准汞、砷、镉、铅、铬限量指标按国家标准 GB 23349 《肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标》执行。

### 5.3.8 游离铵指标的确定

尿素硝酸铵溶液本身不构成吸入危害，但如果尿素硝酸铵中的游离氨过高，可对人产生吸入危害，所以规定游离氨技术指标小于 0.05%。

## 6 试验方法

### 6.1 试验方法验证

#### 6.1.1 总氮的试验方法验证

按 GB/T 8572 测定尿素硝酸铵溶液的总氮含量，测定数据见表 8。

表 8 总氮试验方法验证数据

生产日期	产品检验室测定总氮，%				控制分析室测定总氮，%				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：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方法采用 GB/T 8572 标准。

#### 6.1.2 铵态氮的试验方法验证

按 GB/T 3600 测定尿素硝酸铵溶液铵态氮含量，测定数据见表 10。

表 10 铵态氮试验方法验证数据

生产日期	产品检验室测定铵态氮，%				控制分析室测定铵态氮，%				实验室间 绝对差值，%
	1	2	均值	绝对差值	1	2	均值	绝对差值	
2013.09.11	7.87	7.88	7.88	0.01	7.90	7.93	7.92	0.03	0.04
2013.09.12	8.23	8.19	8.21	0.04	8.21	8.17	8.19	0.04	0.02
2014.02.27	7.77	7.73	7.75	0.04	7.77	7.78	7.78	0.01	0.03
2014.05.19	6.93	6.92	6.92	0.01	6.89	6.85	6.87	0.04	0.05
2014.05.21	6.95	6.91	6.93	0.04	6.98	7.01	7.00	0.03	0.06

表 10 数据表明：平行测定结果的绝对误差在 0.01%~0.04%，不同实验室测定结果的绝对误差在 0.02%~0.06%，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 标准。

### 6.1.3 缩二脲的试验方法验证

试样先进行预处理，其中的游离氨和铵离子在碱性条件，70℃水浴中，用甲醇脱除，除氨后的试样用盐酸调至中性，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 11。

表 11 缩二脲试验方法验证数据

生产日期	产品检验室测定缩二脲，%				控制分析室测定缩二脲，%				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 11 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方法采用 GB/T 2241.2 标准。

### 6.1.5 pH 值（10%水溶液）试验方法验证

称取 10 g（称准至 0.1g）试样，置于 200 mL 烧杯中，加入 100 mL 不含二氧化碳的水，按 NY/T 1973 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 12。

表 12 pH 值（10%水溶液）试验方法验证数据

生产日期	产品检验室测定 pH 值（10%水溶液）				控制分析室测定 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 12 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 GB/T 23769 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 标准。

### 6.1.4 游离氨试验方法验证

尿素硝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 13。

表 13 游离氨试验方法验证数据

生产日期	产品检验室测定游离氨，%				控制分析室测定游离氨，%				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 13 数据表明：平行测定结果的绝对误差在 0.000 1%~0.001 0%，不同实验室测定结果的绝对误差在 0.003%~0.001 6%，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%）。

#### 6.1.7 水不溶物的试验方法验证

按 GB/T 2241.6 测定尿素硝铵溶液水不溶物含量，测定数据见表 14。

表 14 水不溶物试验方法验证数据

生产日期	产品检验室测定水不溶物，%				控制分析室测定水不溶物，%				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 14 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。

#### 6.2 试验方法确定

总氮含量的测定采用 GB/T 8572 规定的方法。

硝酸铵含量的测定：采用 GB/T 3600 进行铵态氮含量的测定，硝酸铵的含量按计算得出。

尿素含量采用计算法。用 NY/T 1116 测定硝态氮时，在 210nm 下，尿素也有明显的吸收峰，对测定产生干扰；GB/T3597 在实际分析中测定的条件很难控制，可操作性不强；GB/T22923 中 3.2.2 用的流动分析仪，对于一般生产厂家不具备条件。由于尿素硝铵溶液中铵态氮和硝态氮的含量相同，因此本标准只测定铵态氮的含量，然后用差减法计算酰胺态氮含量，酰胺态氮%=总氮%—2 铵态氮%。然后将酰胺态氮的含量换算成尿素的含量。

缩二脲含量的测定：试样先进行预处理，其中的游离氨和铵离子在碱性条件，70℃水浴中，用甲醇脱除，除氨后的试样用盐酸调至中性，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。

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 中 4.2.2 “充分搅拌 3min……” 进行测定。

游离氨的测定采用 GB/T 2241.5 规定的方法。

水不溶物的测定采用 GB/T 2241.6 规定的方法。

密度的测定采用 GB/T 4472 规定的方法。

重金属限量指标汞、砷、镉、铅、铬的测定采用 GB 23349 规定的方法

## **7 检验规则**

7.1 产品出厂检验分为型式检验和出厂检验，外观、总氮含量、硝态氮含量、酰胺态氮含量、pH、缩二脲、游离氨含量为出厂检验项目，水不溶物、密度和生态指标为型式检验项目。

7.2 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。

7.3 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。

7.4 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”。

7.5 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。

7.6 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。

## **8 标识**

8.1 产品标识应符合GB 18382《肥料标识内容和要求》。

8.2 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、公司名称、地址、电话和“怕冻、怕晒”图示标志（应符合GB/T 191 的规定）。

8.3 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。

## **9 包装、运输和贮存**

9.1 液体产品包装按 NY/T 1108 规定执行。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。

9.2 产品在搬运和堆垛时，轻拿轻放，不得倒置。

9.3 产品运输和贮存过程中应防冻、防晒、防泄漏。图示说明按 GB/T 191 规定执行。