

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

农业用硝酸铵钙

Calcium ammonium nitrate for agriculture

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(送审稿)

(本稿完成日期：2014-11-20)

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氮肥分技术委员会（SAC/TC105/SC2）归口。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

本标准为首次发布。

农业用硝酸铵钙

1 范围

本标准规定了农业用硝酸铵钙的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。
本标准适用于中华人民共和国境内生产和销售的、作为肥料使用的农业用硝酸铵钙。
分子式为 $5\text{Ca}(\text{NO}_3)_2\cdot\text{NH}_4\text{NO}_3\cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 。

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 191 包装储运图示标志
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB 8569 固体化学肥料包装
- GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法
- GB18382 肥料标识 内容和要求
- GB/T 23349 肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标
- GB/T 24891 复混肥料粒度的测定
- GB/T 2441.1-2008 尿素的测定方法 第1部分：总氮含量
- NY/T 1973-2010 水溶肥料 水不溶物含量和PH值的测定
- WJ 9050 农用硝酸铵抗爆性能试验方法及判定

3 要求

- 3.1 外观：白色或灰白色、均匀颗粒状固体。
- 3.2 农业用硝酸铵钙应符合表 1 要求，并应符合产品包装容器和质量证明书上的标明值。

表1 农业用硝酸铵钙的要求

项 目			指标	
			一等品	合格品
总氮（N）的质量分数，%			≥ 15.5	15.0
其中	硝态氮的质量分数，%	≥	14.5	14.0
	铵态氮的质量分数，%	≥	1.0	1.0
水溶性钙（Ca）的质量分数，%			≥ 18.4	18.0
水不溶物，%			≤ 0.1	0.5
PH（1:250 倍稀释）			6-8	6-8

游离水(H ₂ O)的质量分数, %	≤	1.0	3.0
粒度 (通过 1.00-4.75mm 标准筛), %	≥	95	90
砷的质量分数 (以 As 计), %	≤	0.0010	
镉的质量分数 (以 Cd 计), %	≤	0.0010	
铅的质量分数 (以 Pb 计), %	≤	0.0050	
铬的质量分数 (以 Cr 计), %	≤	0.0050	
汞的质量分数 (以 Hg 计), %	≤	0.0005	

3.3 抗爆性能要求

主管部门有要求时, 应符合WJ 9050 的要求

4 试验方法

4.1 外观

目视法测定

4.2 总氮含量的测定

4.2.1 原理

在碱性介质中用定氮合金将硝酸根还原, 直接蒸馏出氨, 将氨吸收在过量硫酸溶液中, 在甲基红-亚甲基蓝混合指示剂存在下, 用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定, 计算试样中的总氮含量。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 定氮合金(Cu: 50 % , Al: 45% , Zn: 5%): 细度小于 0.85mm。

4.2.2.2 硝酸铵: 使用时于 100℃下干燥至恒重;

4.2.2.3 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH}) = 400 \text{ g/L}$;

4.2.2.4 硫酸溶液: $c[1/2(\text{H}_2\text{SO}_4)] = 0.5 \text{ mol/L}$;

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

4.2.2.6 甲基红-亚甲基蓝混合指示液: 称取 0.10g 甲基红和 0.05g 亚甲基蓝, 用少量无水乙醇多次溶解后, 用其稀释到 100ml, 混匀;

4.2.2.7 广泛 pH 试纸;

4.2.2.8 硅脂。

4.2.3 仪器

4.2.3.1 通常实验室用仪器。

4.2.3.2 蒸馏仪器：按 GB/T 244 1.1 配备；

4.2.3.3 蒸馏加热装置：1 000 W - 1 500 W 电炉，置于升降台架上，可自由调节高度。也可使用调温电炉或能够调节供热强度的其他形式热源。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 称样

称取不大于 0.4g 试样(精确至 0.000 2 g)于蒸馏烧瓶中。

4.2.4.2 试样处理与蒸馏

于蒸馏烧瓶中加入 300mL 水，摇动使试料溶解，加入定氮合金约 3 g，将蒸馏烧瓶连接于蒸馏装置上。接受器中准确加入 40mL 硫酸溶液[$c(1/2 H_2SO_4) = 0.5 \text{ mol/L}$]4-5 滴混合指示液，并加适量水以保证封闭气体出口，将接受器连接在蒸馏装置上。蒸馏装置的磨口连接处应涂硅脂密封。

通过蒸馏装置的分液漏斗加入 20 mL 氢氧化钠溶液，在溶液将流尽时加入 20-30 mL 水冲洗漏斗，剩 3-5 mL 水时关闭活塞。静置 10min 后，开通冷却水，同时开启加热装置，沸腾时根据泡沫产生程度调节供热强度，避免泡沫溢出或液滴带出。蒸馏出至少 200mL 馏出液后，用 pH 试纸检查冷凝管出口的液滴，如无碱性结束蒸馏。

4.2.4.3 蒸馏溶液的滴定

用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定过量硫酸至指示液呈现灰绿色为终点。

4.2.4.4 空白试验

在测定的同时，按同样步骤，使用同样试剂，但不含试料 进行平行测定。

4.2.4.5 核对实验

定期使用新制备的含 100 mg 氮的硝酸铵，按测试试料的相同条件进行。

4.2.5 分析结果的表述

4.2.5.1 分析结果的计算

总氮(N)含量 W_1 ，以质量分数(%)表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{c_1(V_2 - V_1) \times 0.01401}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

C_1 ---测定及空白试验时使用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)；

V_2 ---空白试验时使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_1 --- 测定试样时使用氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

0.01401—氮的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔(g/mol)；

m_1 — 试料质量的数值，单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.2.5.2 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 %。

4.3 铵态氮含量的测定

除了不加定氮合金外，其它过程同 4.2。

4.4 硝态氮含量的测定

硝态氮含量 W_3 计，以质量分数 (%) 表示，按式(2)计算：

$$W_3 = W_1 - W_2 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

W_1 ---总氮含量，单位为质量分数(%)；

W_2 ---铵态氮含量，单位为质量分数(%)；

结果保留到小数点后两位。

4.5 水溶性钙含量的测定

4.5.1 原理

在 pH 12-pH 13 条件下，以钙黄绿素为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠（简称 EDTA）标准滴定溶液配位滴定水溶性钙含量。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 氢氧化钾溶液：200g/L

4.5.2.2 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})=0.02\text{mol/L}$ ；

4.5.2.3 钙黄绿素-甲基百里香草酚蓝指示剂（简称钙黄绿素指示剂）：0.10g 钙黄绿素与 0.1g 甲基香草酚蓝（或甲基百里香草酚蓝）与 0.03g 百里香草酚酞、5g 氯化钾研细混匀，贮存于磨口瓶中备用。

4.5.3 仪器

通常实验室用仪器

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 试样溶液的制备

称取约 2g 试样(精确至 0.000 2 g)，置于 250 mL 三角瓶中，加约 150mL 水，摇动片刻，加热煮沸 10min，冷却至室温后转移至 250mL 量瓶中，稀释至刻度，混匀后干过滤，弃去最初部分滤液，即得试样溶液。

4.5.4.2 测定

准确吸取 20mL 试样溶液于 250mL 三角瓶中，加约 90mL 水，再加 1mL 氢氧化钾溶液，加钙黄绿素指示剂 0.1g-0.3g，在黑色背景下立即用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失呈现紫红色为终点。

4.5.4.3 空白试验

除不加试样外，与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤进行平行测定。

4.5.5 分析结果的表述

4.5.5.1 分析结果的计算

试样中的水溶性钙(Ca)含量 W_4 ，以质量分数（%）表示，按式(3)计算：

$$w_2 = \frac{c_2 (V_3 - V_4) \times 0.04008}{m_2 \times 20 / 250} \times 100$$

$$= \frac{c_2 (V_3 - V_4) \times 50.1}{m_2} \dots\dots\dots(3)$$

式中：

C_2 —测定及空白实验时，使用 EDTA 标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_3 —测定时，使用 EDTA 标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_4 — 空白试验时，使用 EDTA 标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

0.04008 —与 1.00mL 的浓度为 1.000mol/L 的 EDTA 标准滴定溶液相当的钙的质量的数值，单位为每毫摩尔（g/mmol）

m_2 — 试样质量的数值，单位为克(g)；

结果保留到小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.5.5.2 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 0.40%

4.6 水不溶物含量的测定

按 NY/T1973 中 3 的方法进行

4.7 PH 值的测定

按 NY/T1973 中 4 的方法进行

4.8 游离水含量的测定

按 GB/T 8576-2010 的方法进行

4.9 粒度的测定

按 GB/T24891-2010 的方法进行。

4.10 砷、镉、铅、铬、汞含量的测定

按GB/T 23349 进行

4.11 抗爆性能试验

按 WJ 9050 进行

5 检验规则

5.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验，表1中砷、镉、铅、铬、汞为型式检验项目，其余项目为出厂检验项目。型式检验项目在下列情况之一时，应进行测定：

- 投产时、停产后重新开始生产时；
- 连续生产时，原料、工艺发生变化；
- 连续生产时，应每6个月进行一次检验；
- 国家质量监督机构提出型式检验的要求时。

5.2 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500t。

5.3 采样方案

5.3.1 袋装产品最少采样单元数的确定

不超过512袋时，按表2确定最少采样袋数；大于512袋时，按式（4）计算结果确定采样袋数，如遇小数，则进为整数。

表 2 最少采样单元数的确定

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		

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots(4)$$

式中：
n——最少采样袋数；
N——每批产品总袋数。
按表2或式（4）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100g的样品，每批采样总量不得少于2kg（抗爆性能试验取样量为20 kg）。

5.3.2 散装产品

按GB/T 6679的规定进行。

5.4 样品缩分

将采取的样品迅速混匀，用缩分器或四分法将粒状样品缩分至约1kg。分装于两个洁净、干燥的500mL具有磨口塞的广口瓶或聚乙烯瓶中。密封并贴上标签，注明生产企业名称、产品名称、批号或生产日期、取样日期、取样人姓名。一瓶作产品质量分析，另一瓶保存二个月，以备查用。

5.5 样品制备

由5.4中取一瓶500g缩分的固体样品，经多次缩分后取出约100g，迅速研磨至全部通过0.5mm试验筛，混匀，收集到干燥瓶中，供总氮、铵态氮、硝态氮、水溶性钙、PH、水不溶物、游离水、砷、镉、铅、铬、汞测定用。余下样品供粒度测定用。

5.6 结果判定

- 5.6.1 本标准中产品质量指标合格判断，采用 GB/T 8170-2008 中“修约值比较法”。
- 5.6.2 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。
- 5.6.3 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。

5.6.4 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、批号或生产日期、产品净含量、总氮、硝态氮、水溶性钙、本标准号 and 法律法规规定应标注的内容。不属于出厂检验的项目标明值应为最近一次型式检验时的检测值。

6 标识

6.1 应在包装袋正面以质量分数标明总氮含量、硝态氮含量、铵态氮、水溶性钙含量、水不溶物含量、粒度。

6.2 应在包装袋上标明产品使用说明，包括但不限于以下内容：适用区域、土壤、作物、生长阶段（也可标明不适用的区域、土壤、作物、生长阶段）；用法用量；与其它物料的相容性、不相容的物质、对灌溉水质的特殊要求等；安全说明。

6.3 每袋净含量应标明单一数值，如 50kg 等。

6.4 其余应符合 GB18382。

7 包装、运输和贮存

7.1 产品用符合 GB 8569 规定的材料进行包装，包装规格为 50.0kg、40.0kg、25.0kg、10.0kg，每袋净含量允许范围为 $(50+0.5)\text{kg}$ 、 $(40+0.4)\text{kg}$ 、 $(25+0.25)\text{kg}$ 、 $(10+0.1)\text{kg}$ ，每批产品平均每袋净含量不得低于 50.0kg、40.0kg、25.0kg、10.0kg。当用户对包装规格有特殊要求时，可由供需双方协商解决。

7.2 在标明的每袋净含量范围内的产品中有添加物时，必须与原物料混合均匀，不得以小包装形式放入包装袋中。

7.3 产品运输和贮存过程中应防潮、防晒、防雨淋、防破裂，警示说明按 GB/T191 的规定执行。