

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

含腐植酸尿素

Urea containing humic acid

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：2015-10-29)

2015 – XX – XX 发布

2015 – 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 《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》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（SAC/TC 105）归口。

本标准起草单位：上海化工研究院、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、瑞星集团股份有限公司、河南心连心化肥有限公司、中盐安徽红四方股份有限公司、秦皇岛五弦维爱科技开发有限公司、青岛海力源生物科技有限公司、辽宁普天科技有限公司。

本标准主要起草人：

本标准为首次发布。

含腐植酸尿素

1 范围

本标准规定了含腐植酸尿素的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输与贮存。

本标准适用于将以腐植酸为主要原料生产的腐植酸增效液添加到尿素生产工艺中,通过尿素造粒工艺技术制成的含腐植酸尿素。

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 2440 尿素

GB/T 2441.1 尿素的测定方法 第1部分:总氮含量

GB/T 2441.3 尿素的测定方法 第3部分:水分 卡尔·费休法

GB/T 2441.6 尿素的测定方法 第6部分:水不溶物含量 重量法

GB/T 2441.7 尿素的测定方法 第7部分:粒度 筛分法

GB/T 2441.9 尿素的测定方法 第9部分:亚甲基二脲含量 分光光度法

GB/T 8170 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 18382 肥料标识、内容和要求

GB/T 22924 复混肥料(复合肥料)中缩二脲含量的测定

HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 术语和定义

下列术语与定义符适用于本文件。

3.1 腐植酸 humic acid

由动植物残体经过微生物分解、转化及地球化学作用等系列过程形成的,含苯环、羧基、酚羟基等无定形天然有机高分子化合物的混合物。

3.2 含腐植酸尿素 urea containing humic acid

将以腐植酸为主要原料制备的腐植酸增效液,添加到尿素生产工艺中,通过尿素造粒工艺技术制成的一类尿素产品,与常规尿素相比,具有降低氨挥发损失的效果。

3.3 氨挥发抑制率 ammonia volatilization inhibition rate

在脲酶和氧化镁的作用下,尿素分解释放出的氨被硼酸溶液吸收,用硫酸标准溶液进行滴定,可测定挥发出的氮量,含腐植酸尿素与尿素消耗硫酸标准溶液体积的差值与后者的比值,以百分数表示。

4 要求

4.1 外观

棕褐色或黑色颗粒状、无机械杂质。

4.2 技术指标

含腐植酸尿素的要求应符合表 1 的规定。

表1 含腐植酸尿素的要求

指 标 名 称			指 标 值
总氮（N）的质量分数，%			≥45.0
腐植酸的质量分数，%			≥0.12
氨挥发抑制率，%			≥5
缩二脲的质量分数，%			≤1.5
水分 ^a ，%			≤1.0
亚甲基二脲 ^b （以 HCHO 计）的质量分数，%			≤0.6
粒度 ^c ，%	d 0.85mm~2.80mm	≥	90
	d 1.18mm~3.35mm	≥	
	d 2.00mm~4.75mm	≥	
	d 4.00mm~8.00mm	≥	
^a 水分以生产企业出厂检验数据为准。			
^b 若尿素生产工艺中不加甲醛，可不做亚甲基二脲含量的测定。			
^c 指标中的粒度项只需符合四档中的任一档即可，包装标识中应注明。			

5 试验方法

本标准中所用的水、试剂和溶液，在没有注明规格和配制方法时，按 HG/T 2843 的规定制备。

5.1 外观

目视法测定。

5.2 总氮含量测定

按照GB/T 2441.1的规定执行。

5.3 腐植酸含量的测定

5.3.1 原理

在强酸性条件下，腐植酸可将部分六价铬（Cr⁶⁺）还原成绿色的三价铬（Cr³⁺），可用比色法测定三价铬的吸光度。以葡萄糖标准溶液的碳氧化液为标准色阶（590nm），以尿素为对照，可计算出含腐植酸尿素中腐植酸的含量。

5.3.2 试剂和溶液

5.3.2.1 硫酸;

5.3.2.2 重铬酸钾溶液 $[c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.8mol/L]$: 称取重铬酸钾 39.23g, 溶于 800mL 水中, 定容稀释至 1L, 贮于试剂瓶中备用。

5.3.2.3 有机碳标准溶液 $[c(C)=5g\cdot L^{-1}]$: 称取葡萄糖 ($C_6H_{12}O_6\cdot H_2O$ 分析纯) 13.75g 溶于水, 定容至 1L。

5.3.3 仪器

常用实验室仪器。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 标准曲线的绘制

分别吸取有机碳标准溶液 0mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL 加入至 50 mL 试管中, 加水补至 2.5 mL, 相应的含碳量分别为 0.0mg、2.5mg、5.0mg、7.5mg、10.0mg、12.5mg。向试管中准确加入 5.00mL 重铬酸钾溶液, 然后沿管壁缓慢加入 8mL 硫酸, 避免溅出, 摇匀。将试管置于 $(100\pm 2)^\circ C$ 恒温箱中, 90min 后将试管取出, 放入冷水中冷却至室温, 将试管内液体全部转移至 50mL 容量瓶中, 定容、摇匀。用 1cm 光径比色杯在 590nm 波长处测定吸光度值, 绘制标准曲线。

5.3.4.2 腐植酸含量测定

称取试样 3.0000~5.0000g (含腐植酸不超过 20mg) 于 50mL 试管中, 加入 2.5mL 水, 再准确加入 5.00mL 重铬酸钾溶液, 以下步骤同标准曲线, 测定试样的吸光度值。同时, 以尿素为对照。

5.3.4.3 含腐植酸尿素与尿素对照的测定值

以质量分数表示含腐植酸尿素中腐植酸的测定值 w_1 和尿素对照的测定值 w_2 , 数值以%表示, 按式 (1) 和 (2) 计算:

$$w_1 = \frac{C_1}{m_1 \times 1000} \times 1.724 \times 1.1 \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$w_2 = \frac{C_2}{m_2 \times 1000} \times 1.724 \times 1.1 \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C_1 ——由标准曲线查出的含腐植酸尿素含碳量, 单位为毫克 (mg);

m_1 ——含腐植酸尿素的质量, 单位为克 (g);

1.724 ——有机碳换算为有机质的系数;

1.1 ——氧化校正系数;

1000 ——mg 换算为 g 的系数。

C_2 ——由标准曲线查出的尿素含碳量, 单位为毫克 (mg);

m_2 ——尿素的质量, 单位为克 (g);

5.3.4.4 含腐植酸尿素中腐植酸含量结果计算

以质量分数表示含腐植酸尿素中腐植酸的含量, 数值以%表示, 按式 (3) 计算:

$$w = w_1 - w_2 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

w_1 ——含腐植酸尿素中腐植酸的测定值，单位为%；

w_2 ——尿素对照的测定值，单位为%。

5.3.4.5 允许差

平行测定结果的相对偏差不超过 20%。

5.4 氨挥发抑制率的测定

5.4.1 原理

含腐植酸尿素在尿素酶的作用下水解为铵态氮，在氧化镁存在的条件下，含腐植酸尿素中的酰胺态氮水解产生的铵态氮会转化为氨释放出来，用硼酸溶液吸收释放出的氨，再用一定浓度的硫酸标准溶液滴定释放出的氨，以尿素为对照，根据消耗的硫酸标准溶液体积计算出氨挥发抑制率。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 尿素酶溶液

称取 0.100g 尿素酶(活力 $\sim 1\text{U/mg}$)，加 0.5mL 水，用研钵研磨至糊状，全部转移至 250mL 容量瓶中，摇匀，储存于 4℃ 冰箱中，备用；

5.4.2.2 氧化镁；

5.4.2.3 硼酸溶液：2%；

5.4.2.4 硫酸标准滴定溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.01\text{ mol/L}$ ；

5.4.2.5 混合指示剂：溶解 0.099g 溴甲酚绿和 0.066g 甲基红于 100mL 乙醇（95%）中；

5.4.2.6 碱性胶液：将 40g 阿拉伯胶和 50mL 水加入烧杯中，加热至 70~80℃，搅拌溶解，冷却至室温后，加入 20mL 甘油和 20mL 饱和碳酸钾水溶液，搅匀；离心去除泡沫和不溶物，将清液储存于玻璃瓶中，备用。

5.4.2.7 尿素。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 一般实验室仪器；

5.4.3.2 康维皿；

5.4.3.3 恒温箱。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 培养

称取 1.000g 试样于康维皿外室，加 10mL 水，小心水平晃动，使其溶解均匀，然后称取 0.10g 氧化镁，加入外室，小心晃动，使氧化镁分散于试样溶液中。吸取 2mL 硼酸溶液于内室，加 3 滴混合指示剂，然后在外室边缘涂适量碱性胶液，盖上毛玻璃，旋转数次，使皿边与毛玻璃完全粘合。移动毛玻璃，通过边缘的缝隙向外室加入 5mL 尿素酶溶液，立即盖严，水平晃动康维皿，使尿素酶溶液分散均匀，

随后将康维皿置于 $(37\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 恒温箱中，培养 90min。

培养结束后，取出康维皿，移去毛玻璃。用硫酸标准滴定溶液滴定内室硼酸溶液吸收的 NH_3 。溶液由绿色变为微红色为滴定终点，消耗的硫酸标准滴定溶液的体积为 V 。以尿素为对照，消耗硫酸标准滴定溶液的体积为 V_1 。

5.4.4.2 分析结果的表述

氨挥发抑制率 f ，单位%，按式（4）计算：

$$f = \frac{V_1 - V}{V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

V ——含腐植酸尿素消耗的硫酸标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——尿素消耗的硫酸标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）。

5.4.4.3 允许差

平行测定结果的相对偏差不超过 30%。

5.5 缩二脲的测定

按照GB/T 22924的规定执行。

5.6 水分的测定

按GB/T 2441.3的规定执行。

5.7 亚甲基二脲的测定

按GB/T 2441.9的规定执行。

5.8 粒度的测定

按GB/T 2441.7的规定执行。

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，总氮、缩二脲、水分、腐植酸含量为出厂检验项目。型式检验应包括全部项目在下列情况时，应进行测定：

- a) 正式生产时，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后，应周期性进行一次检验；
- c) 国家质量监督机构提出型式检验的要求时。

6.2 组批

产品按批检验，以一班或一天的产量为一批，最大批量为1500吨。

6.3 采样方案

6.3.1 袋装产品

不超过512 袋时，按表3 确定最少采样袋数；大于512 袋时，按式(5) 计算结果确定最少采样袋数，如遇小数，则进为整数。

表2 最小采样袋数的确定

总的包装袋数	选取的最少取样袋数	总的包装袋数	选取的最少取样袋数
1~10	全部	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		

最少采样袋数= $3 \times \sqrt[3]{N}$ (5)

式中：N——每批产品的总袋数。

按表 2 或式（5）计算结果，随机抽取采样袋数，用采样器从每袋最长对角线插入取样器至袋 3/4 处采取不少于 100g 样品，每批采取样品量不得少于 2kg。

6.3.2 散装产品

按 GB/T 6679 规定进行采样。

6.4 样品缩分

将采取样品迅速用缩分器或四等分法, 缩分为（600~1200）g 的平均试样, 分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的广口瓶或聚乙烯瓶中密封, 贴上标签, 注明: 生产企业名称、产品名称、批号、粒径范围、取样日期和采样人姓名。一瓶作产品质量分析, 一瓶保存二个月, 以备查用。

6.5 结果判定

6.5.1 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”。

6.5.2 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、住所、产品名称、批号或生产日期、产品净含量、总氮含量、缩二脲含量、本标准号 and 法律法规规定应标注的内容。农业用（肥料）尿素有微量添加物的和工业用尿素有甲醛等添加物的，应在质量证明书中标明添加物成分。

7 标识、使用说明书

本产品包装袋上应印有牢固、明显的标志，并注明肥料名称、商标、等级、净含量、总氮含量、腐植酸含量、氨挥发抑制率、粒度、生产企业名称、生产企业地址、生产日期或批号、警示说明、本标准编号和 GB 2440，其余执行 GB 18382 的有关规定。

8 包装、运输和贮存

8.1 本产品用内衬聚乙烯薄膜袋的编织袋包装或复合塑料编织袋包装，应符合 GB 8569 中的有关规定。每袋净含量 $50\text{kg}\pm 0.5\text{kg}$ 、 $40\text{kg}\pm 0.4\text{kg}$ ，每批平均每袋净含量不得低于 50.0kg 、 40.0kg 或净含量有其他要求时，应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。也可按供需双方协议确定的规格包装。

8.2 本产品可用汽车、火车、轮船等交通工具运输。运输工具和装卸工具应干净、平整、无突出的尖锐物，以免刺穿、刮破包装件。

8.3 本产品应贮存在阴凉、通风、干燥的库房内，包装件应堆放整齐，堆置高度应小于 7m 。

8.4 本产品在运输过程中应防雨淋、防破裂、防潮、防晒。
