

《海藻酸类肥料》化工标准制定 编制说明（送审稿）

一、工作简况

（一）任务来源

中华人民共和国工业和信息化部办公厅印发了2014年第三批行业标准制修订计划，项目名称《海藻酸类肥料》，项目计划编号：2014-1145T-HG。本标准主管部门为中华人民共和国工业和信息化部原材料工业司。本标准由中国石油和化学工业联合会提出，全国肥料和调理剂标准化技术委员会（SAC/TC 105）归口，主要由上海化工研究院、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、烟台大学、山东恩宝生物科技有限公司、江西开门子肥业股份有限公司、青岛海力源生物科技有限公司负责起草。本标准为您推荐性行业标准。

（二）本标准制定的主要过程

1、成立标准起草工作组

在接到《海藻酸类肥料》化工行业标准编制计划任务后，由上海化工研究院、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、烟台大学、山东恩宝生物科技有限公司、江西开门子肥业股份有限公司、青岛海力源生物科技有限公司等单位及部分专家成立了《海藻酸类肥料》化工行业标准制定工作组，开展了本标准制定的各项工作。

成员：

上海化工研究院 商照聪

中国农业科学院农业资源与农业区划研究所 赵秉强、袁亮、李伟

烟台大学 殷军港

江西开门子肥业股份有限公司 陈接龙

山东恩宝生物科技有限公司 高仁升

青岛海力源生物科技有限公司 张守福

组 长：赵秉强 **副组长：**商照聪 **秘 书：**张守福

2、参考相关资料

标准起草工作组大量查阅国内外文献、标准等相关资料，主要参考文献如下：

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 2441.2 尿素的测定方法 第2部分：缩二脲的测定 分光光度法

GB/T 2441.3 尿素的测定方法 第3部分：水分 卡尔·费休法

GB/T 2441.7 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 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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/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 15063-2009 复混肥料（复合肥料）
 GB 21633-2008 掺混肥料
 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
 GB/T 24891 复混肥料粒度的测定
 HG/T 4365-2012 水溶性肥料
 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
 NY/T 1108 液体肥料包装技术要求
 NY/T 1116-2014 肥料 硝态氮、铵态氮、酰胺态氮含量的测定
 NY/T 1977-2010 水溶肥料 总氮、磷、钾含量的测定
 GB 29988-2013 食品添加剂海藻酸钾（褐藻酸钾）
 GB1976-2008 食品添加剂褐藻酸钠
 SCT 3401-2006 印染用褐藻酸钠
 INS No. 400Alginic Acid
 INS No. 403Ammonium Alginate
 INS No. 404Calcium Alginate

赵秉强, 杨相东, 李燕婷, 等. 我国新型肥料发展若干问题的探讨[J]. 磷肥与复肥, 2012, 27 (3): 1-4.

陈秩雄, 陈敏, 张宗毅, 等. 醋酸棉酚对土壤脲酶活性的抑制作用[J]. 水土保持学报, 2012, 26 (1): 219-222.

徐晓飞, 陈健. 多糖含量测定的研究进展[J]. 食品科学, 2009, 30 (21): 443-448.

胡浩. 非离子表面活性剂降解及对土壤的影响研究[D]. 河北农业大学, 土壤学, 2004.

宁国辉. 新型缓控释肥脲酶抑制剂选配及其肥效研究[D]. 湖南农业大学, 环境工程, 2008.

何威明. 氮肥增效剂作用效果及评价方法研究[D]. 农业资源与农业区划研究所, 植物营养学, 2010.

邱业先, 汪金莲, 陈尚钊, 等. 几种化合物对土壤脲酶抑制作用动力学[J]. 江西农业大学学报, 2000, 22 (3): 356-358.

杨晶秋, 姚腾云, 王作尊, 等. 稳定型有机无机复合肥氮的释放[J]. 华北农学报, 2001, 16 (4): 97-99.

H. Gawrońska, A. Przybysz. Biostimulants— tool for increasing plants ability to cope with stresses[J]. ActaPhysiolPlant, 2012, 34 (1): S1–S116.

H. S. Shekhar Sharma, Colin Fleming, Chris Selby, *et al.* Plant biostimulants: a review on the processing of macroalgae and use of extracts for crop management to reduce abiotic and biotic stresses[J]. J ApplPhycol, 2014, 26:465–490.

Vincent Billard, Philippe Etienne, Laetitia Jannin, *et al.* Two Biostimulants Derived from Algae or Humic Acid Induce Similar Responses in the Mineral Content and Gene Expression of Winter Oilseed Rape (*Brassica napus* L.)(J]. J Plant Growth Regul, 2014, 33:305–316.

3、标准研究方案

根据查阅到的标准、文献等相关资料, 并通过一系列的预试验, 标准制定工作组在进行

大量研究的基础上,以海藻酸含量、氨挥发抑制率和成膜率作为评价海藻酸包膜尿素的主要指标,含部分海藻酸包膜尿素的掺混肥料规定了海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数,海藻酸复合肥料规定了海藻酸含量、成膜率、氨挥发抑制率,含海藻酸水溶肥料规定了海藻酸含量,其他指标均符合国家或行业标准。工作组通过大量实验室研究,确定了指标值和具体检测方法。检验规则,标识,包装、运输和贮存等要求参考了现行的《尿素》、《掺混肥料》、《复混肥料(复合肥料)》、《水溶性肥料》国家和行业标准中的规定。

4、2014年12月19日,中国农业科学院农业资源与农业区划研究所与烟台大学、恩宝、开门子、海力源等标准起草单位在北京讨论《海藻酸类肥料》的指标检测方法及注意事项。

5、2015年3月30日,标准起草小组在北京讨论标准起草情况,明确了检测指标和方法。

6、2015年4月13日至15日,标准起草小组参加全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会标准征求意见工作会议,委员们就标准的具体内容提出宝贵意见。

7、2015年5月-10月,标准起草小组按照委员们的反馈意见,进行了详细修改。

8、2015年11月,标准起草小组向全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会秘书处提交了送审材料。

二、标准编制原则和主要内容

(一) 标准研究背景

我国耕地利用强度大、化肥用量高、肥料利用率低。我国人均耕地面积仅为1.4亩,是世界平均的1/3,为加拿大的1/18、印度的1/20。目前全国年化肥总用量已超过6000万吨纯养分,化肥用量占世界的35%,是美国和印度的总和。我国亩均化肥用量21.9kg,是世界平均水平的3倍,欧美国家的2.5倍。农田化肥利用率一直处在较低水平,氮肥利用率仅为30%-35%,每年通过挥发、淋洗和径流等途径损失掉的尿素氮肥达到2000多万吨(商品量),直接经济损失500多亿元人民币。磷肥和钾肥的利用率也分别只有10%-25%和40%-50%,平均低于发达国家15-25个百分点。我国是肥料资源相对短缺的国家,人均磷、钾矿产资源为世界平均水平的39%和7%。不仅造成能源与资源的巨大浪费,而且造成地表水的富营养化、地下水和蔬菜中硝酸盐含量超标以及氮氧化物等温室气体排放量增加等,对环境造成巨大威胁。因此,对化肥进行增效改性,提高肥料利用率,在减少化肥施用量的同时实现作物高产稳产,是促进农业生产与生态协调发展的重要途径。

尽管我国粮食产量实现十连增,但由于人口基数大、耕地面积减少等客观因素,粮食安全仍是我国长期面临的重大问题。国内外的许多研究表明,海藻中含有的海藻酸、吡咯乙酸、赤霉素、萘乙酸等有机物质和生理活性物质,可促进作物根系生长,提高根系活力,增强作物吸收养分的能力;可抑制土壤脲酶活性,降低尿素的氨挥发损失;发酵海藻液中的物质与尿素发生反应,通过氢键等作用力延缓尿素在土壤中的释放和转化过程;土壤培养试验表明,发酵海藻液添加到肥料中可降低土壤pH 0.1~0.3个单位,起到减缓磷肥固定,活化土壤磷素和钾素的作用。另外,海藻酸增值肥料还可以起到抗旱、抗盐碱渗透、耐寒、杀菌和提高农产品品质的作用。在农业上应用可取得明显的增产效果,并可改善作物品质。我国海岸线长,海藻资源丰富,通过充分利用我国丰富的海藻资源,对常规肥料进行增效改性,开发系列海藻酸类肥料,是提高氮肥利用率、减少损失、减低环境风险、保障粮食安全的重要途径。

我国科研人员从1994年开始研发海藻肥,目前海藻肥已在农业上得到广泛应用,但是,目前尚没有较完整、科学的海藻酸类肥料标准,制约着海藻酸类肥料产业的发展及其在农业上的应用。海藻酸类肥料包括海藻酸包膜尿素、含部分海藻酸包膜尿素的掺混肥料、海藻酸

复合肥、含海藻酸水溶肥料等系列海藻酸肥料产品。

制定含海藻酸类肥料的行业标准，对促进和保障市场健康有序发展具有重要意义。为促进我国海藻酸类肥料行业健康发展、指导用户正确选择和施用、规范市场秩序以及合理利用肥料资源和降低肥料损失，确保我国粮食产量持续提高，亟需建立统一、规范海藻酸类肥料产品的海藻酸含量、氨挥发抑制率、成膜率等质量指标及其检测方法，制定海藻酸类肥料行业标准，规范行业行为，促进海藻酸类肥料产业健康发展。

（二）标准编制原则

- 1、本标准的编制根据 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第 1 部分：标准的结构与编写规则》的规定执行；
- 2、以规范海藻酸类肥料产品的生产、销售、使用和质量监督，促进产业健康发展为原则；
- 3、具有科学性和可操作性并结合我国行业发展现状。

（三）标准指标和检测方法的论据

1、海藻酸含量指标和检测方法的确定

GB 29988-2013 食品添加剂 海藻酸钾（褐藻酸钾）、GB1976-2008 食品添加剂 褐藻酸钠、SCT 3401-2006 印染用褐藻酸钠等国家和行业标准中均未规定海藻酸的测定方法，其中 GB 29988-2013 对海藻酸盐进行定性鉴定：量取 5 mL 试样溶液，加入 1 mL 新制的 1, 3-二羟基萘乙醇溶液和 5 mL 盐酸摇匀。煮沸 5 min，放冷，转移至 60 mL 分液漏斗中，容器用 5 mL 水洗涤，洗液并入分液漏斗中。加入 15 mL 异丙醚，振摇提取，分取醚层，同时做空白对照，试样管的异丙醚层与对照管比较，应显深紫色。再按照 GB/T 17767.3 中的方法测定 K_2O 含量，表示海藻酸钾含量。Alginic Acid (INS No. 400)、Ammonium Alginate (INS No. 403)、Calcium Alginate (INS No. 404) 中也未规定具体的海藻酸的检测方法，仅规定了海藻酸的鉴定方法，即：取 0.1g 样品，尽可能全部溶解于 0.15mL 0.1N NaOH 溶液中，再加入 1mL 酸性硫酸铁溶液，5min 内，颜色由樱桃红色慢慢变为深紫色。

本标准测定海藻酸的原理参考农业部肥料登记海藻酸含量的测定：海藻酸在强酸条件下水解为糖醛酸，糖醛酸可与吡啶形成稳定的紫红色化合物，在 520nm 下用分光光度计测定其吸光度，可计算出海藻酸类肥料中的海藻酸含量。

2、氨挥发抑制率

海藻酸包膜尿素、海藻酸复合肥料等企业标准在山东、河北、河南、安徽等省质量技术监督局备案，采用土壤培养的方法测定氨挥发抑制率，用这个指标来表征尿素的缓释性能，但不同来源、不同肥力、不同区域的土壤差异巨大，如菜地土壤和种植小麦的土壤、红壤和石灰性土壤、西北的灰漠土和东北的黑土等，这些因素可能导致测定结果不稳定。另外，利用土壤培养分期测定的方法检测氨挥发抑制率，耗费的时间较长（21-28 天），需要对试验人员进行系统培训，不易推广应用。因此，研究稳定性好、准确、快速的检测方法是标准研究中的重要方面。标准起草小组制定的快速检测方法获得国家发明专利（袁亮，赵秉强，李燕婷，等。一种肥料中尿素缓释性检测方法与它的用途，2015.09，中国，ZL201410061658.3）。

本标准氨挥发抑制率测定原理：海藻酸类肥料中的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，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溶液滴定释放出的氨，以尿素为对照，根据氨挥发氮量计算出氨挥发抑制率。本标准的方法具有简单、快速、稳定的特点，可较好地表征海

藻酸类肥料的氨挥发抑制效果。

3、海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数

尿素的比重小于三氯甲烷，其他氮肥、磷肥和钾肥的比重高于三氯甲烷，可将尿素与其他肥料分离。海藻酸包膜尿素在外观颜色和膜特性上与非海藻酸包膜尿素有显著差异，可通过目测分离出海藻酸包膜尿素和普通尿素，分别测定其氮含量，可计算出海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数。

4、成膜率

本标准采用浮选计数法测定成膜率，测定原理如下：海藻酸包膜尿素或海藻酸包膜复合肥料在水中浸泡一段时间后，具有完整膜的肥料颗粒会向上漂浮，将一定量的海藻酸包膜尿素或海藻酸包膜复合肥料放入水中，可通过对漂浮颗粒的计数，计算成膜率。

三、主要试验情况分析

（一）样品收集

目前已收集山东恩宝生物科技有限公司、江西开门子肥业股份有限公司、青岛海力源生物科技有限公司等企业的水藻酸包膜尿素、水藻酸复合肥料、含水藻酸水溶肥料等样品。

（二）检测方法的确定

1、海藻酸含量

1.1、适用范围

海藻酸包膜尿素、海藻酸复合肥料、含水藻酸水溶肥料。

1.2、试验方法

1.2.1 原理

海藻酸在强酸条件下水解为糖醛酸，糖醛酸可与吡啶形成稳定的紫红色化合物，在520nm下用分光光度计测定其吸光度，可计算出海藻酸类肥料中的海藻酸含量。

1.2.2 试剂和溶液

1.2.2.1 硫酸；

1.2.2.2 无水乙醇；

1.2.2.3 海藻酸钠($C_6H_7NaO_6$)_n 储备液(10mg/mL)：称取 10.00g 海藻酸钠，用水溶解后，定容至 1L；

1.2.2.4 海藻酸钠标准溶液(1mg/mL)：吸取 10.00mL 海藻酸钠储备液于 100mL 容量瓶中，用水定容；

1.2.2.5 吡啶乙醇溶液(2g/L)：称取 0.20g 吡啶，用无水乙醇溶解并定容至 100mL；

1.2.2.6 原料肥料：采用同种原料生产的与海藻酸类肥料养分含量一致但不含海藻酸的肥料。

1.2.3 仪器

1.2.3.1 分光光度计，带光程为 1cm 的吸收池，可在 520nm 处测量。

1.2.4 测定方法

1.2.4.1 标准曲线绘制

分别移取海藻酸钠标准溶液 0.00 mL, 0.20mL, 0.40 mL, 0.60mL, 0.80 mL, 1.00mL, 1.20mL 至 50mL 比色管中, 分别加入 3.00 mL, 2.80mL, 2.60 mL, 2.40 mL, 2.20mL, 2.00 mL, 1.80 mL 水, 使体积为 3.00 mL, 移入冰水浴中, 边振荡边缓缓加入硫酸 10.00 mL, 开始约每秒一滴, 待加入一半酸后增加至约每秒两滴, 加完后放入沸水浴中加热 20 min, 取出后冷却至 80℃, 然后加入吡啶-乙醇溶液 0.30 mL, 摇匀, 室温下放置 45min, 在 520 nm 波长下用 1cm 吸收池进行比色, 以试剂空白为参比, 测定吸光度, 以总显色体积的标准比色液中所含海藻酸钠的质量(mg)为横坐标, 以测得的吸光度为纵坐标, 绘制标准曲线或求线性回归方程。

1.2.4.2 海藻酸含量的测定

称取 15~20 g (准确至 0.0002 g) 海藻酸类肥料试样于烧杯中, 加 25 mL 水, 转移至 50mL 容量瓶中, 定容, 摇匀。若有沉淀, 则需要干过滤, 准确移取 3.00mL 试样滤液至 50mL 比色管中, 以下与标准曲线绘制的操作步骤相同。同时, 以原料肥料为对照。

1.2.5 分析结果的表述

1.2.5.1 海藻酸含量的计算

从标准曲线查出所测吸光度对应的海藻酸的质量或由回归方程求出海藻酸的质量
试样中海藻酸含量 X , 以质量分数 (%) 表示, 按式 (1) 计算:

$$X = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times \frac{V_2}{V_1} \times 0.8839 \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从标线查得的海藻酸钠的质量, 单位为毫克 (mg);

m ——试样质量, 单位为克 (g)。

10^{-3} ——mg 转换为 g 的系数;

V_2 ——试样溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V_1 ——移取试样溶液体积, 单位为毫升 (mL);

0.8839——海藻酸钠换算为海藻酸的系数。

1.2.5.2 海藻酸类肥料中海藻酸含量

海藻酸类肥料的海藻酸含量 H , 单位%, 按式 (2) 计算:

$$H = X_1 - X_2 \dots\dots\dots (2)$$

X_1 ——海藻酸类肥料测得的海藻酸含量, %;

X_2 ——原料肥料测得的海藻酸含量, %。

1.3、精密度实验

1.3.1 海藻酸包膜尿素中海藻酸含量的测定

1.3.1.1 对批号 2015020803 产品进行精密度测定，结果见表 1

表 1 精密度测定结果

序号	A ₅₂₀	W _{海藻酸} (mg/g)	相对偏差%
1	0.1796	0.78	3.69
2	0.1863	0.81	0.21
3	0.1896	0.82	1.49
4	0.1763	0.77	5.40
5	0.1825	0.79	2.18
6	0.1872	0.81	0.25
7	0.1955	0.85	4.56
8	0.1859	0.81	0.42
9	0.1855	0.80	0.63
10	0.1877	0.81	0.51
平均海藻酸浓度 (mg/g)		0.81	-----
RSD %		2.77	-----

1.3.1.2 对批号 2015031205 产品进行精密度测定，结果见表 2

表 2 精密度测定结果

序号	A ₅₂₀	W _{海藻酸} (mg/g)	相对偏差%
1	0.1923	0.83	2.89
2	0.1789	0.78	4.05
3	0.1926	0.83	3.05
4	0.1936	0.84	3.57
5	0.1785	0.78	4.26
6	0.1916	0.83	2.53
7	0.1876	0.81	0.46
8	0.1896	0.82	1.49
9	0.1883	0.82	0.82
10	0.1885	0.82	0.92
平均海藻酸浓度 (mg/g)		0.82	-----
RSD %		2.77	-----

1.3.2 海藻酸复合肥中海藻酸含量的测定

1.3.2.1 对批号 2015020815 产品进行精密度测定，结果见表 3

表 3 精密度测定结果

序号	A ₅₂₀	W _{海藻酸} (mg/g)	相对偏差%
1	0.1793	0.78	2.47
2	0.1737	0.76	0.61
3	0.1781	0.77	1.83
4	0.1831	0.79	4.60
5	0.1719	0.75	1.63
6	0.1750	0.76	0.10
7	0.1749	0.76	0.02
8	0.1680	0.73	3.77
9	0.1731	0.75	0.93
10	0.1813	0.79	3.58
平均海藻酸浓度 (mg/g)		0.76	-----
RSD %		2.53	-----

1.3.2.2 对批号 2015031216 产品进行精密度测定，结果见表 4

表 4 精密度测定结果

序号	A ₅₂₀	W _{海藻酸} (mg/g)	相对偏差%
1	0.1751	0.76	1.12
2	0.1669	0.73	5.64
3	0.1794	0.78	1.21
4	0.1821	0.79	2.69
5	0.1799	0.78	1.45
6	0.1766	0.77	0.34
7	0.1783	0.77	0.59
8	0.1831	0.79	3.24
9	0.1709	0.74	2.46
10	0.1860	0.81	4.80
平均海藻酸浓度 (mg/g)		0.77	-----
RSD %		3.13	-----

1.3.3 含海藻酸水溶肥料（固体）中海藻酸含量的测定

1.3.3.1 对批号 2015020835 产品进行精密度测定，结果见表 5

表 5 精密度测定结果

序号	A ₅₂₀	W _{海藻酸} (g/L)	相对偏差%
1	0.2518	16.25	2.29
2	0.2440	15.76	0.82
3	0.2501	16.15	1.63
4	0.2571	16.59	4.42
5	0.2415	15.60	1.82
6	0.2441	15.77	0.79
7	0.2439	15.76	0.84
8	0.2343	15.15	4.66
9	0.2414	15.60	1.84
10	0.2528	16.32	2.69
平均海藻酸浓度 (g/L)		15.89	-----
RSD %		2.69	-----

1.3.3.2 对批号 2015031236 产品进行精密度测定，结果见表 6

表 6 精密度测定结果

序号	A ₅₂₀	W _{海藻酸} (g/L)	相对偏差%
1	0.2494	16.10	0.25
2	0.2457	15.87	1.19
3	0.2537	16.37	1.95
4	0.2608	16.82	4.75
5	0.2435	15.73	2.07
6	0.2493	16.10	0.22
7	0.2477	15.99	0.39
8	0.2354	15.22	5.25
9	0.2452	15.84	1.40
10	0.2568	16.57	3.18
平均海藻酸浓度 (g/L)		16.06	-----
RSD %		2.83	-----

1.3.4 含海藻酸水溶肥料（液体）中海藻酸含量的测定

1.3.4.1 对批号 2015020825 产品进行精密度测定，结果见表 7

表 7 精密度测定结果

序号	A ₅₂₀	W _{海藻酸} (g/L)	相对偏差%
1	0.2510	16.20	2.29
2	0.2432	15.71	0.82
3	0.2493	16.10	1.63
4	0.2563	16.54	4.42
5	0.2407	15.55	1.82
6	0.2433	15.71	0.79
7	0.2431	15.71	0.84
8	0.2335	15.10	4.66
9	0.2406	15.55	1.84
10	0.2520	16.27	2.69
平均海藻酸浓度 (g/L)		15.84	-----
RSD %		2.69	-----

1.3.4.2 对批号 2015031226 产品进行精密度测定，结果见表 8

表 8 精密度测定结果

序号	A ₅₂₀	W _{海藻酸} (g/L)	相对偏差%
1	0.2486	16.05	0.25
2	0.2449	15.82	1.19
3	0.2529	16.32	1.95
4	0.2600	16.77	4.75
5	0.2427	15.68	2.07
6	0.2485	16.05	0.22
7	0.2469	15.95	0.39
8	0.2346	15.17	5.25
9	0.2444	15.79	1.40
10	0.2560	16.52	3.18
平均海藻酸浓度 (g/L)		16.01	-----
RSD %		2.83	-----

1.4、回收率实验

1.4.1 海藻酸包膜尿素

取 10.00g 原料尿素于 100mL 容量瓶中，分别加入 1.00mg/mL 海藻酸钠标准溶液 5mL、10mL，其余处理步骤见样品的测定方法。实验结果见表 9。

表 9 回收率实验结果

序号	A ₅₂₀	W _{海藻酸理论值} (mg/g)	W _{海藻酸测定值} (mg/g)	回收率 %
1	0.1065	0.44	0.45	102.3
2	0.1041	0.44	0.44	100.0
3	0.0969	0.44	0.41	93.2
4	0.1088	0.44	0.46	104.5
5	0.1041	0.44	0.44	100.0
6	0.2254	0.88	0.95	108.0
7	0.2183	0.88	0.92	104.5
8	0.2040	0.88	0.86	97.7
9	0.2183	0.88	0.92	104.5
10	0.2040	0.88	0.86	97.7

海藻酸添加量分别为 0.44 mg/g、0.88 mg/g 时，方法回收率为 93.2%~108.0%，由此可证明该方法准确性良好。

1.4.2 海藻酸包膜复合肥

取 10.00g 原料复合肥于 100mL 容量瓶中，分别加入 1.00mg/mL 海藻酸钠标准溶液 5mL、10mL，其余处理步骤见样品的测定方法。试验结果见表 10。

表 10 回收率实验结果

序号	A ₅₂₀	W _{海藻酸理论值} (mg/g)	W _{海藻酸测定值} (mg/g)	回收率 %
1	0.0993	0.44	0.42	95.5
2	0.1065	0.44	0.45	102.3
3	0.1017	0.44	0.43	97.7

4	0.1041	0.44	0.44	100.0
5	0.1088	0.44	0.46	104.5
6	0.2064	0.88	0.87	98.9
7	0.2135	0.88	0.9	102.3
8	0.2088	0.88	0.88	100.0
9	0.2159	0.88	0.91	103.4
10	0.2135	0.88	0.9	102.3

海藻酸添加量分别为 0.44 mg/g、0.88 mg/g 时，方法回收率为 95.5%~104.5%，由此可证明该方法准确性良好。

1.4.3 含海藻酸水溶肥料（固体）

取 10.0000g 不含海藻酸的固体水溶肥料于 1000ml 容量瓶中，分别加入 10.00mg/mL 海藻酸钠标准溶液 10mL、20mL，其余处理步骤见样品的测定方法。试验结果见表 11。

表 11 回收率实验结果

实验序号	A ₅₂₀	W _{海藻酸理论值} (g/L)	W _{海藻酸测定值} (g/L)	回收率 %
1	0.1330	8.80	8.43	95.7
2	0.1427	8.80	9.03	102.6
3	0.1363	8.80	8.63	98.0
4	0.1395	8.80	8.83	100.3
5	0.1457	8.80	9.22	104.8
6	0.2764	17.60	17.47	99.2
7	0.2860	17.60	18.07	102.7
8	0.2796	17.60	17.67	100.4
9	0.2892	17.60	18.27	103.8
10	0.2860	17.60	18.07	102.7

1.4.3 含海藻酸水溶肥料（液体）

取 10.00ml 不含海藻酸的水溶肥料于 1000ml 容量瓶中, 分别加入 10.00mg/mL 海藻酸钠标准溶液 10mL、20mL, 其余处理步骤见样品的测定方法。试验结果见表 12。

表 12 回收率实验结果

实验序号	A ₅₂₀	W _{海藻酸理论值} (g/L)	W _{海藻酸测定值} (g/L)	回收率 %
1	0.1330	8.80	8.43	95.7
2	0.1427	8.80	9.03	102.6
3	0.1363	8.80	8.63	98.0
4	0.1395	8.80	8.83	100.3
5	0.1457	8.80	9.22	104.8
6	0.2764	17.60	17.47	99.2
7	0.2860	17.60	18.07	102.7
8	0.2796	17.60	17.67	100.4
9	0.2892	17.60	18.27	103.8
10	0.2860	17.60	18.07	102.7

海藻酸添加量分别为 8.80mg/g、17.60mg/g 时, 方法回收率为 95.7%~104.8%, 由此可证明该方法准确性良好。

1.5、方法稳定性实验

间隔时间分别为 1 天、2 天、5 天、10 天、30 天，分别取 0.20mL 浓度为 1.00mg/mL 的海藻酸钠标准溶液于 50ml 比色管进行实验测定，其余处理步骤见标准曲线的测定方法，试验结果见表 13。

表 13 稳定性实验结果

测定日期	A ₅₂₀	A ₅₂₀	A ₅₂₀	平均值 A ₅₂₀
	平行 1	平行 2	平行 3	
2015-01-26	0.1383	0.1383	0.1385	0.1384
2015-01-28	0.1382	0.1381	0.1383	0.1382
2015-01-31	0.1388	0.1391	0.1391	0.1390
2015-02-05	0.1392	0.1392	0.1395	0.1393
2015-02-25	0.1389	0.1388	0.1388	0.1388
RSD%				0.32

上述数据可证明该方法有着良好的稳定性。

1.6、产品测定结果

1.6.1 海藻酸包膜尿素中海藻酸含量的测定

对 30 个批次的水藻酸包膜尿素产品进行海藻酸含量测定实验，以原料尿素为对照，每个样品分别做了 3 次平行实验，试验结果见表 14-表 16。

1.6.1.1 2015-01-21 检测结果

表 14 海藻酸含量测定结果

序号	样品批号	A ₅₂₀			平均吸光度 A	W _{海藻酸} (mg/g)
		平行 1	平行 2	平行 3		
对照	原料尿素	0.0000	0.0001	0.0000	0.0000	-----
1	2015012101	0.1862	0.1855	0.1857	0.1858	0.81
2	2015012102	0.1765	0.1792	0.1774	0.1777	0.77
3	2015012103	0.1659	0.1688	0.1664	0.1670	0.73
4	2015012104	0.1862	0.1872	0.1862	0.1865	0.81
5	2015012105	0.1776	0.1795	0.1785	0.1785	0.78

6	2015012106	0.1675	0.1681	0.1673	0.1676	0.73
7	2015012107	0.1976	0.1984	0.1985	0.1982	0.86
8	2015012108	0.1768	0.1774	0.1758	0.1767	0.77
9	2015012109	0.1866	0.1862	0.1862	0.1863	0.81
10	2015012110	0.1767	0.1785	0.1766	0.1773	0.77

1.6.1.2 2015-02-08 检测结果

表 15 海藻酸含量测定结果

序号	样品批号	A ₅₂₀			平均吸光度 A	W _{海藻酸} (mg/g)
		平行 1	平行 2	平行 3		
对照	原料尿素	0.0001	0.0001	0.0000	0.0001	-----
1	2015020801	0.1955	0.1957	0.1958	0.1957	0.85
2	2015020802	0.1692	0.1674	0.1677	0.1681	0.73
3	2015020803	0.1888	0.1864	0.187	0.1874	0.81
4	2015020804	0.1772	0.1762	0.1765	0.1766	0.77
5	2015020805	0.1795	0.1784	0.1785	0.1788	0.78
6	2015020806	0.1981	0.1973	0.1976	0.1977	0.86
7	2015020807	0.1784	0.1785	0.1781	0.1783	0.77
8	2015020808	0.1874	0.1858	0.1866	0.1866	0.81
9	2015020809	0.1972	0.1988	0.1985	0.1982	0.86
10	2015020810	0.1769	0.1775	0.1769	0.1771	0.77

1.6.1.3 2015-03-12 检测结果

表 16 海藻酸含量测定结果

序号	样品批号	A ₅₂₀			平均吸光度 A	W _{海藻酸} (mg/g)
		平行 1	平行 2	平行 3		
对照	原料尿素	0.0000	0.0001	0.0000	0.0001	-----
1	2015031201	0.1987	0.1968	0.1997	0.1984	0.86
2	2015031202	0.1874	0.1877	0.1881	0.1877	0.81
3	2015031203	0.1664	0.167	0.1674	0.1669	0.73
4	2015031204	0.1762	0.1765	0.1766	0.1764	0.77
5	2015031205	0.1884	0.1885	0.1888	0.1886	0.82
6	2015031206	0.1973	0.1976	0.1976	0.1975	0.86
7	2015031207	0.1785	0.1781	0.1783	0.1783	0.77
8	2015031208	0.1758	0.1766	0.1766	0.1763	0.77
9	2015031209	0.1786	0.1795	0.1783	0.1788	0.78
10	2015031210	0.1745	0.1741	0.1758	0.1748	0.76

1.6.2 海藻酸包膜复合肥中海藻酸含量的测定

对 30 个批次海藻酸包膜复合肥产品进行海藻酸含量测定实验,以原料复合肥为对照,每个样品分别做了 3 次平行实验,试验结果见表 17-表 19。

1.6.2.1 2015-01-21 检测结果

表 17 海藻酸含量测定结果

序号	样品批号	A ₅₂₀			平均吸光度 A	W _{海藻酸} (mg/g)
		平行 1	平行 2	平行 3		
对照	原料复合肥	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001	-----
1	2015012111	0.1931	0.1951	0.1923	0.1935	0.84

2	2015012112	0.1935	0.1826	0.1837	0.1866	0.81
3	2015012113	0.1866	0.1954	0.1964	0.1928	0.84
4	2015012114	0.1928	0.1981	0.1993	0.1967	0.85
5	2015012115	0.1967	0.1813	0.1821	0.1867	0.81
6	2015012116	0.1867	0.2089	0.2074	0.2010	0.87
7	2015012117	0.201	0.1989	0.1997	0.1999	0.87
8	2015012118	0.1999	0.186	0.1863	0.1907	0.83
9	2015012119	0.1907	0.1946	0.1946	0.1933	0.84
10	2015012120	0.1933	0.1979	0.1951	0.1954	0.85

1.6.2.2 2015-02-08 检测结果

表 18 海藻酸含量测定结果

序号	样品编号	A ₅₂₀			平均吸光度 A	W _{海藻酸} (mg/g)
		平行 1	平行 2	平行 3		
对照	原料复合肥	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	-----
1	2015020811	0.1994	0.1994	0.1984	0.1991	0.86
2	2015020812	0.1941	0.1949	0.1956	0.1949	0.84
3	2015020813	0.1954	0.1964	0.1984	0.1967	0.85
4	2015020814	0.2124	0.2136	0.2136	0.2132	0.92
5	2015020815	0.1759	0.1757	0.1752	0.1756	0.76
6	2015020816	0.1831	0.1846	0.1834	0.1837	0.80
7	2015020817	0.1989	0.1997	0.1993	0.1993	0.86

8	2015020818	0.2089	0.2091	0.2103	0.2094	0.91
9	2015020819	0.1954	0.1986	0.1971	0.1970	0.85
10	2015020820	0.1983	0.1982	0.1977	0.1981	0.86

1.6.2.3 2015-03-12 检测结果

表 19 海藻酸含量测定结果

序号	样品编号	A ₅₂₀			平均吸光度 A	W _{海藻酸} (mg/g)
		平行 1	平行 2	平行 3		
对照	原料复合肥	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	-----
1	2015031211	0.211	0.2107	0.2094	0.2104	0.91
2	2015031212	0.1936	0.1946	0.194	0.1941	0.84
3	2015031213	0.1933	0.1937	0.1954	0.1941	0.84
4	2015031214	0.2124	0.2121	0.2107	0.2117	0.92
5	2015031215	0.2099	0.208	0.2074	0.2084	0.90
6	2015031216	0.1766	0.1781	0.1803	0.1783	0.77
7	2015031217	0.1846	0.1854	0.1837	0.1846	0.80
8	2015031218	0.1946	0.1949	0.1966	0.1954	0.85
9	2015031219	0.2123	0.2136	0.2119	0.2126	0.92
10	2015031220	0.1921	0.1916	0.194	0.1926	0.83

1.6.3 含海藻酸水溶肥料（固体）中海藻酸含量的测定

对 30 个批次的含海藻酸水溶肥料（固体）进行海藻酸含量测定，每个样品分别做了 3 次平行实验，结果见表 20-表 22。

1.6.3.1 2015-01-21 检测结果

表 20 海藻酸含量测定结果

序号	样品编号	A ₅₂₀			平均吸光度 A	W _{海藻酸} (g/L)
		平行 1	平行 2	平行 3		
对照	原料肥料	0.0000	0.0000	0.0001	0.0000	-----
1	20150121031	0.2422	0.2447	0.2412	0.2427	15.34
2	20150121032	0.2439	0.2416	0.2429	0.2428	15.35
3	20150121033	0.2341	0.2451	0.2463	0.2418	15.28
4	20150121034	0.2418	0.2484	0.2499	0.2467	15.59
5	20150121035	0.2467	0.2399	0.2284	0.2383	15.06
6	20150121036	0.2342	0.2619	0.2601	0.2521	15.93
7	20150121037	0.2521	0.2494	0.2504	0.2506	15.84
8	20150121038	0.2507	0.2333	0.2337	0.2392	15.12
9	20150121039	0.2392	0.2441	0.2441	0.2425	15.32
10	20150121040	0.3020	0.2482	0.2447	0.2650	16.74

1.6.3.2 2015-02-08 检测结果

表 21 海藻酸含量测定结果

序号	样品编号	A ₅₂₀			平均吸光度 A	W _{海藻酸} (g/L)
		平行 1	平行 2	平行 3		
对照	原料肥料	0.0001	0.0000	0.0001	0.0001	-----
1	2015020831	0.2501	0.2501	0.2488	0.2497	15.78
2	2015020832	0.2434	0.2444	0.2453	0.2444	15.44
3	2015020833	0.2451	0.2463	0.2488	0.2467	15.59

4	2015020834	0.2663	0.2678	0.2678	0.2673	16.89
5	2015020835	0.2507	0.2517	0.2519	0.2514	15.89
6	2015020836	0.2422	0.2441	0.2301	0.2388	15.09
7	2015020837	0.2494	0.2504	0.2499	0.2499	15.79
8	2015020838	0.2619	0.2622	0.2637	0.2626	16.59
9	2015020839	0.2613	0.2613	0.2612	0.2613	16.51
10	2015020840	0.3181	0.2542	0.2541	0.2755	17.41

1.6.3.3 2015-03-12 检测结果

表 22 海藻酸含量测定结果

序号	样品编号	A ₅₂₀			平均吸光度 A	W _{海藻酸} (g/L)
		平行 1	平行 2	平行 3		
对照	原料肥料	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001	-----
1	2015031231	0.2646	0.2642	0.2626	0.2638	16.67
2	2015031232	0.2428	0.2441	0.2433	0.2434	15.38
3	2015031233	0.2424	0.2429	0.2451	0.2435	15.39
4	2015031234	0.2663	0.2659	0.2642	0.2655	16.77
5	2015031235	0.2632	0.2608	0.2601	0.2614	16.52
6	2015031236	0.2541	0.2534	0.2549	0.2541	16.06
7	2015031237	0.2441	0.2451	0.2429	0.2440	15.42
8	2015031238	0.2441	0.2444	0.2466	0.2450	15.49
9	2015031239	0.2662	0.2678	0.2657	0.2666	16.84

10	2015031240	0.3001	0.2403	0.2433	0.2612	16.51
----	------------	--------	--------	--------	--------	-------

1.6.4 含海藻酸水溶肥料（液体）中海藻酸含量的测定

对 30 个批次的含海藻酸液体水溶肥料进行海藻酸含量测定，每个样品分别做了 3 次平行实验，结果见表 23-表 25。

1.6.4.1 2015-01-21 检测结果

表 23 海藻酸含量测定结果

序号	样品编号	A ₅₂₀			平均吸光度 A	W _{海藻酸} (g/L)
		平行 1	平行 2	平行 3		
对照	原料肥料	0.0000	0.0000	0.0001	0.0000	-----
1	20150121021	0.2414	0.2439	0.2404	0.2419	15.29
2	20150121022	0.2431	0.2408	0.2421	0.2420	15.30
3	20150121023	0.2333	0.2443	0.2455	0.2410	15.23
4	20150121024	0.2410	0.2476	0.2491	0.2459	15.54
5	20150121025	0.2459	0.2391	0.2276	0.2375	15.01
6	20150121026	0.2334	0.2611	0.2593	0.2513	15.88
7	20150121027	0.2513	0.2486	0.2496	0.2498	15.79
8	20150121028	0.2499	0.2325	0.2329	0.2384	15.07
9	20150121029	0.2384	0.2433	0.2433	0.2416	15.27
10	20150121030	0.2416	0.2474	0.2439	0.2443	15.44

1.6.4.2 2015-02-08 检测结果

表 24 海藻酸含量测定结果

序号	样品编号	A ₅₂₀			平均吸光度 A	W _{海藻酸} (g/L)
		平行 1	平行 2	平行 3		
对照	原料肥料	0.0001	0.0000	0.0001	0.0001	-----

1	2015020821	0.2493	0.2493	0.2480	0.2488	15.73
2	2015020822	0.2426	0.2436	0.2445	0.2436	15.39
3	2015020823	0.2443	0.2455	0.2480	0.2459	15.54
4	2015020824	0.2655	0.2670	0.2670	0.2665	16.84
5	2015020825	0.2499	0.2509	0.2511	0.2506	15.84
6	2015020826	0.2414	0.2433	0.2293	0.2380	15.04
7	2015020827	0.2486	0.2496	0.2491	0.2491	15.74
8	2015020828	0.2611	0.2614	0.2629	0.2618	16.54
9	2015020829	0.2605	0.2605	0.2604	0.2604	16.46
10	2015020830	0.2545	0.2534	0.2533	0.2537	16.03

1.6.4.3 2015-03-12 检测结果

表 25 海藻酸含量测定结果

序号	样品编号	A ₅₂₀			平均吸光度 A	W _{海藻酸} (g/L)
		平行 1	平行 2	平行 3		
对照	原料肥料	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001	-----
1	2015031221	0.2638	0.2634	0.2618	0.2630	16.62
2	2015031222	0.2420	0.2433	0.2425	0.2426	15.33
3	2015031223	0.2416	0.2421	0.2443	0.2427	15.34
4	2015031224	0.2655	0.2651	0.2634	0.2647	16.72
5	2015031225	0.2624	0.2600	0.2593	0.2605	16.46
6	2015031226	0.2533	0.2526	0.2541	0.2533	16.01

7	2015031227	0.2433	0.2443	0.2421	0.2432	15.37
8	2015031228	0.2433	0.2436	0.2458	0.2442	15.43
9	2015031229	0.2654	0.2670	0.2649	0.2658	16.79
10	2015031230	0.2401	0.2395	0.2425	0.2407	15.21

1.7、产品稳定性实验

1.7.1 海藻酸包膜尿素

间隔时间分别为 1 天、2 天、5 天、10 天、30 天，对 2015012108 号产品进行测定,实验结果见表 26。

表 26 稳定性实验结果

测定日期	W _{海藻酸} (mg/g)			W _{海藻酸} (mg/g) 平均值
	平行 1	平行 2	平行 3	
2015-01-21	0.77	0.76	0.78	0.77
2015-01-23	0.75	0.78	0.77	0.77
2015-01-26	0.79	0.78	0.77	0.78
2015-01-31	0.74	0.79	0.78	0.77
2015-02-20	0.76	0.75	0.78	0.76
RSD%				0.81

上述数据可证明海藻酸包膜尿素产品有着良好的稳定性。

1.7.2 海藻酸包膜复合肥

间隔时间分别为 1 天、2 天、5 天、10 天、30 天，对 2015012115 号产品进行测定,实验结果见表 27。

表 27 稳定性实验结果

测定日期	W _{海藻酸} (mg/g)			W _{海藻酸} (mg/g) 平均值
	平行 1	平行 2	平行 3	
2015-01-21	0.81	0.8	0.82	0.81

2015-01-23	0.79	0.82	0.81	0.81
2015-01-26	0.83	0.82	0.81	0.82
2015-1-31	0.78	0.83	0.82	0.81
2015-02-20	0.8	0.79	0.82	0.80
RSD%				0.77

上述数据可证明海藻酸包膜复合肥产品有着良好的稳定性。

1.7.3 含海藻酸水溶肥料（固体）

间隔时间分别为 1 天、2 天、5 天、10 天、30 天，对 2015012134 号产品进行测定,实验结果见表 28。

表 28 稳定性实验结果

测定日期	W _{海藻酸} (mg/g)			W _{海藻酸} (mg/g) 平均值
	平行 1	平行 2	平行 3	
2015-01-21	15.62	15.61	15.59	15.61
2015-01-23	15.56	15.59	15.58	15.58
2015-01-26	15.48	15.45	15.48	15.47
2015-01-31	15.55	15.6	15.59	15.58
2015-02-20	15.52	15.55	15.59	15.55
RSD%				0.34

上述数据可证明含海藻酸固体水溶肥料产品有着良好的稳定性。

1.7.4 含海藻酸水溶肥料（液体）

间隔时间分别为 1 天、2 天、5 天、10 天、30 天，对 2015012125 号产品进行测定,实验结果见表 29。

表 29 稳定性实验结果

测定日期	W _{海藻酸} (mg/g)			W _{海藻酸} (mg/g) 平均值
	平行 1	平行 2	平行 3	
2015-01-21	15.82	15.81	15.89	15.84

2015-01-23	15.92	15.89	15.86	15.89
2015-01-26	15.75	15.80	15.84	15.80
2015-01-31	15.82	15.83	15.84	15.83
2015-02-20	15.86	15.83	15.82	15.84
RSD%				0.21

上述数据可证明含海藻酸液体水溶肥料产品有着良好的稳定性。

1.8、结论

实验分别对 2 个批次的海藻酸包膜尿素产品和 2 个批次的海藻酸包膜复合肥产品进行了精密度实验，RSD 均< 5%；分别对海藻酸包膜尿素和海藻酸包膜复合肥产品进行了加标回收实验，结果回收率分别为 93.2%~108.0%和 95.5%~104.5%；对该检测方法进行了稳定性测试，结果 RSD 为 0.32%。由此可以证明该检测方法准确可靠，可以用于测定海藻酸包膜肥料的海藻酸含量。

对 30 个批次的海藻酸包膜尿素产品和 30 个批次的海藻酸包膜复合肥产品进行了海藻酸含量测定，结果海藻酸的含量均>0.05%。对批号 2015012108 海藻酸包膜尿素产品和批号 2015012115 海藻酸包膜复合肥料产品进行了产品稳定性实验，RSD 分别为 0.81%和 0.77%，由此可以证明海藻酸包膜肥料产品稳定。

实验分别对 2 个批次的含海藻酸固体水溶肥料产品进行了精密度实验，RSD 均< 5%；对含海藻酸固体水溶肥料产品进行了加标回收实验，结果回收率为 95.4%~104.8%；对该检测方法进行了稳定性测试，结果 RSD 为 0.32%。由此可以证明该检测方法准确可靠，可以用于测定含海藻酸固体水溶肥料的海藻酸含量。

对 30 个批次的含海藻酸固体水溶肥料产品进行了海藻酸含量测定，结果海藻酸的含量均>0.05%；对 2015012134 号产品进行了稳定性实验，RSD 为 0.34，由此证明含海藻酸固体水溶肥料产品有良好的稳定性。

实验分别对 2 个批次的含海藻酸液体水溶肥料产品进行了精密度实验，RSD 均< 5%；对含海藻酸液体水溶肥料产品进行了加标回收实验，结果回收率为 95.4%~104.8%；对该检测方法进行了稳定性测试，结果 RSD 为 0.32%。由此可以证明该检测方法准确可靠，可以用于测定含海藻酸液体水溶肥料的海藻酸含量。

对 30 个批次的含海藻酸液体水溶肥料产品进行了海藻酸含量测定，结果海藻酸的含量均>0.05%；对 2015012125 号产品进行稳定性实验测定，RSD 为 0.21%，可证明含海藻酸液体水溶肥料产品有着良好的稳定性。

2、氨挥发抑制率

2.1、适用范围

海藻酸包膜尿素、海藻酸复合肥料

2.2、试验方法

2.2.1 原理

海藻酸包膜尿素或海藻酸复合肥料产品中的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，海藻酸包膜尿素或海藻酸复合肥料产品中的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。

2.2.2 测定方法提要，测定步骤及分析结果的表述

2.2.2.1 试剂和材料

2.2.2.1.1 尿素酶溶液(活力 2.25U/mL): 称取 0.100g 尿素酶，加 0.5mL 水，用研钵研磨至糊状，全部转移至 100mL 容量瓶中，摇匀，储存于 4℃ 冰箱中，备用；

2.2.2.1.2 氧化镁悬浮液：30g/L；

2.2.2.1.3 硼酸溶液：2%；

2.2.2.1.4 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；

2.2.2.1.5 硫酸标准滴定溶液： $c(1/2H_2SO_4) = 0.02 \text{ mol/L}$ ；

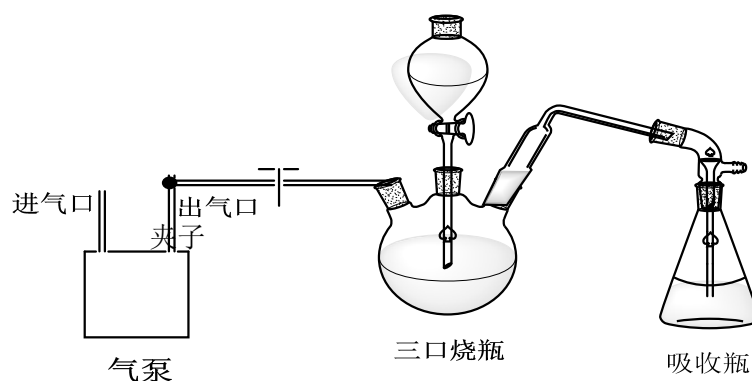
2.2.2.1.6 尿素。

2.2.2.2 仪器

2.2.2.2.1 一般实验室仪器；

2.2.2.2.2 恒温水浴锅；

2.2.2.2.3 气泵。



2.2.3 分析步骤

2.2.3.1 海藻酸包膜尿素

- 1) 称取 5.00g 试样肥料加入到 100mL 三口圆底烧瓶中，加入 10mL 蒸馏水；
- 2) 吸取 20mL 硼酸溶液加入到吸收瓶中，并滴加 2 滴混合指示剂；

- 3) 按上图连接装置,从分液漏斗中加入 2.00mL 尿素酶溶液于 100mL 三口圆底烧瓶中,关闭分液漏斗阀门;
- 4) 25℃ 恒温水浴 30min。通过漏斗向圆底烧瓶中加入 5mL 氧化镁悬浮液,关闭分液漏斗阀门;
- 5) 40℃ 恒温水浴 60min。开启气泵通空气 2.0L;
- 6) 移开吸收瓶,用硫酸标准滴定溶液滴定硼酸溶液吸收的氨气,溶液由蓝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_1 ,同时,以尿素为对照,消耗硫酸标准滴定溶液的体积为 V_2 。

2.2.3.2 海藻酸复合肥料

- 1) 称取 5.00g 试样,按 NY/T1116-2014 中 4.2 的方法进行蒸馏,蒸馏液冷却后,摇匀,按 NY/T 1977-2010 中 3.1.4.2.3 的方法测定蒸馏液中的氮含量,即为酰胺态氮的含量,单位为 mg/mL。
- 2) 移取试样蒸馏液 50.0mL 于三口烧瓶中,其他操作同 2.2.3.1。
- 3) 用尿素配制 100mL 与试样馏液酰胺态氮含量相同的对照溶液,移取 50.0mL 于三口烧瓶中,其他操作同 2.2.3.1。

2.2.4 分析结果的表述

2.2.4.1 海藻酸包膜尿素的氨挥发抑制率

氨挥发抑制率 f_1 , 单位%, 按式 (3) 计算:

$$f_1 = \frac{V_2 - V_1}{V_2} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_1 ——试样消耗的硫酸标准滴定溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——氮肥对照消耗的硫酸标准滴定溶液体积, 单位为毫升 (mL)。

2.2.4.2 海藻酸复合肥的氨挥发抑制率:

氨挥发抑制率 f_2 , 单位%, 按式 (4) 计算:

$$f_2 = \frac{V_4 - V_3}{V_4} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V_3 ——试样消耗的硫酸标准滴定溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V_4 ——复合肥对照消耗的硫酸标准滴定溶液体积, 单位为毫升 (mL)。

2.3 氨挥发抑制率试验条件的确定

尿素酶活力 2.25U/mL 的含义为: 1mL 尿素酶溶液在 25℃ 下, 1min 内分解的尿素毫摩尔数, 以此为依据, 利用海藻酸包膜尿素产品进行氨挥发抑制率试验, 设定 3 个尿素酶溶液

添加量（2mL、5mL、10mL），3 个培养时间（20、30、40min），3 个氨挥发时间（30、60、90min），通气体积(0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0L)。

结果表明，氨挥发抑制率与脲酶溶液用量和培养时间有关，随脲酶溶液用量增加而下降，随培养时间延长提高，综合考虑测试速度和结果，选择脲酶溶液添加量为 2mL，培养时间为 30min。氨挥发抑制率与挥发时间和通气量的关系不大，为保证测试结果的可靠性和稳定性，将挥发时间设定为 60min，通气体积为 2L。

2.4、精密度实验

2.4.1 对批号为 2015020808 肥料产品进行精密度测定，结果见表 30。

表 30 精密度测定结果

序号	滴定体积 mL	氨挥发抑制率%	相对偏差%
尿素	5.38	-----	-----
1	4.22	21.56	1.75
2	4.26	20.82	1.76
3	4.22	21.56	1.75
4	4.25	21.00	0.88
5	4.21	21.75	2.63
6	4.26	20.82	1.76
7	4.25	21.00	0.88
8	4.26	20.82	1.76
9	4.20	21.93	3.51
10	4.27	20.63	2.63
氨挥发抑制率%		21.19	-----
RSD %		2.19	-----

2.4.2 对批号 2015031206 肥料产品进行精密度测定，结果见表 31

表 31 试验精密度测定结果

序号	滴定体积 mL	氨挥发抑制率 %	相对偏差%
尿素	5.26	-----	-----
1	4.19	20.34	3.36
2	4.13	21.48	2.06
3	4.15	21.10	0.25
4	4.18	20.53	2.46
5	4.12	21.67	2.96
6	4.16	20.91	0.65
7	4.11	21.86	3.86

8	4.15	21.10	0.25
9	4.19	20.34	3.36
10	4.15	21.10	0.25
氨挥发抑制率%		21.05	-----
RSD %		2.52	-----

2.5、产品测定结果

对 30 个批次的海藻酸包膜尿素进行了氨挥发抑制率的测定，每个样品分别做了 3 次平行实验，结果见表 32-表 34；

2.5.1 2015-01-21 实验结果

表 32 肥料产品氨挥发抑制率测定结果

序号	产品批号	滴定体积 mL			平均滴定 体积 mL	氨挥发抑制率 %
		平行 1	平行 2	平行 3		
1	空白	0.02	0.02	0.02	0.02	-----
2	尿素	5.45	5.35	5.45	5.42	-----
3	2015012101	4.20	4.26	4.19	4.22	22.20
4	2015012102	4.31	4.26	4.30	4.29	20.85
5	2015012103	4.30	4.25	4.28	4.28	21.09
6	2015012104	4.32	4.29	4.35	4.32	20.30
7	2015012105	4.28	4.26	4.18	4.24	21.77
8	2015012106	4.28	4.34	4.32	4.31	20.42
9	2015012107	4.19	4.25	4.22	4.22	22.14
10	2015012108	4.23	4.30	4.28	4.27	21.22
11	2015012109	4.28	4.29	4.30	4.29	20.85

12	2015012110	4.22	4.23	4.21	4.22	22.14
----	------------	------	------	------	------	-------

2.5.2 2015-02-08 实验结果

表 33 肥料产品氨挥发抑制率测定结果

序号	产品批号	滴定体积 mL			平均滴定 体积 mL	氨挥发抑制率 %
		平行 1	平行 2	平行 3		
1	空白	0.02	0.02	0.02	0.02	-----
2	尿素	5.25	5.25	5.31	5.27	-----
3	2015020801	4.10	4.18	4.11	4.13	21.63
4	2015020802	4.09	4.24	4.21	4.18	20.68
5	2015020803	4.20	4.10	4.15	4.15	21.25
6	2015020804	4.18	4.21	4.23	4.21	20.18
7	2015020805	4.25	4.18	4.22	4.22	19.99
8	2015020806	4.13	4.23	4.25	4.20	20.24
9	2015020807	4.22	4.16	4.09	4.16	21.13
10	2015020808	4.21	4.30	4.11	4.21	20.19
11	2015020809	4.27	4.12	4.17	4.19	20.56
12	2015020810	4.13	4.25	4.09	4.16	21.13

2.5.3 2015-03-12 实验结果

表 34 肥料产品氨挥发抑制率测定结果

序号	产品批号	滴定体积 mL			平均滴定 体积 mL	氨挥发抑制率 %
		平行 1	平行 2	平行 3		
1	空白	0.02	0.02	0.02	0.02	-----

2	尿素	5.27	5.38	5.3	5.32	-----
3	2015031201	4.05	4.20	4.17	4.14	22.18
4	2015031202	4.34	4.24	4.13	4.24	20.36
5	2015031203	4.13	4.27	4.22	4.21	20.93
6	2015031204	4.14	4.24	4.21	4.20	21.12
7	2015031205	4.23	4.16	4.20	4.20	21.12
8	2015031206	4.29	4.11	4.20	4.20	21.05
9	2015031207	4.10	4.28	4.21	4.20	21.12
10	2015031208	4.16	4.29	4.23	4.23	20.55
11	2015031209	4.24	4.15	4.18	4.19	21.24
12	2015031210	4.19	4.31	4.16	4.22	20.68

2.6、产品稳定性

稳定性实验：对批号为 2015020807 的肥料产品进行稳定性实验，间隔时间分别为 1 天、2 天、5 天、10 天、30 天，其余处理步骤见测定方法,试验结果见表 35。

表 35 稳定性实验结果

测定日期	氨挥发抑制率%			平均氨挥发抑制率%
2015-02-08	21.42	21.32	20.62	21.12
2015-02-10	20.65	20.67	20.65	20.66
2015-02-13	20.86	20.88	20.86	20.87
2015-02-18	21.04	21.05	21.05	21.05
2015-03-10	20.65	20.62	20.62	20.63
RSD%				1.06

上述数据可证明该产品有着良好的稳定性。

2.7、试验结论

实验对 2015020808 和 2015031206 两个批次的肥料产品进行精密度实验测定,精密密度实验的 $RSD < 5\%$,由此可证明该检测方法准确可靠,可以用于分析海藻酸包膜尿素和海藻酸复合肥料中氨挥发抑制率测定;

对 30 个批次海藻酸包膜尿素产品进行了氨挥发抑制率测定,结果均 $>15\%$,对批号为 2015020807 的肥料产品进行产品稳定性实验,间隔时间分别为 1 天、2 天、5 天、10 天、30 天,实验中 RSD 为 1.06% ,由此可证明海藻酸包膜尿素和海藻酸复合肥料产品稳定。

3、成膜率检测

3.1、适用范围

海藻酸包膜尿素、海藻酸包膜复合肥。

3.2、试验方法

3.2.1 原理

海藻酸包膜尿素或海藻酸包膜复合肥料在水中浸泡一段时间后,具有完整膜的肥料颗粒会向上漂浮,将一定量的海藻酸包膜尿素或海藻酸包膜复合肥料放入水中,可通过对漂浮颗粒的计数,计算成膜率。

3.2.2 试剂和材料

3.2.2.1 海藻酸包膜肥料

3.2.2.2 50mL 试管

3.2.2.3 试管架

3.2.3 分析步骤

将10只50mL的试管置于试管架上,在每个试管中加入40mL水,随机取海藻酸包膜肥料颗粒,每个试管中放入5粒。浸泡10min左右,开始对漂浮的肥料颗粒计数,漂浮肥料颗粒的总个数记为n。

3.2.4 分析结果的表述

成膜率 r , 单位为%, 按式 (5) 计算:

$$r = \frac{n}{50} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

n——漂浮肥料颗粒的总个数。

3.3、方法精密度

3.3.1 海藻酸包膜尿素成膜率检测

3.3.1.1 对批号 2015012103 产品进行精密度测定, 结果见表 36

表 36 精密度测定结果

实验编号	成膜率 / %
1	96
2	94
3	95
4	95
5	96
6	97
7	93
8	94
9	95
10	95
平均成膜率 / %	95
RSD %	1.22

3.3.1.2 对批号 2015031201 产品进行精密度测定，结果见表 37

表 37 精密度测定结果

实验编号	成膜率 / %
1	95
2	96
3	93
4	93
5	93
6	93
7	94
8	94
9	97
10	92
平均成膜率 / %	94

RSD %	1.66
-------	------

3.3.2 海藻酸包膜复合肥成膜率检测

3.3.2.1 对批号 2015012118 产品进行精密度测定，测定结果见表 38

表 38 精密度测定结果

实验编号	成膜率 / %
1	84
2	85
3	84
4	83
5	85
6	84
7	84
8	83
9	85
10	84
平均成膜率 / %	84
RSD %	0.88

3.3.2.2 对批号 2015020812 产品进行精密度测定，结果见表 39

表 39 精密度测定结果

实验编号	成膜率 / %
1	83
2	82
3	85
4	86
5	84
6	83
7	86
8	87
9	88
10	86
平均成膜率 / %	85
RSD %	2.29

3.4、产品测定结果

3.4.1 海藻酸包膜尿素

对 30 个批次的水藻酸包膜尿素进行了成膜率测定实验，每个样品分别做了 3 次平行实验，结果见表 40-表 42。

3.4.1.1 2015-01-21 实验结果

表 40 样品成膜率测定结果

序号	样品批号	成膜率 / %			平均成膜率 / %
		平行 1	平行 2	平行 3	
1	2015012101	97	95	94	95
2	2015012102	95	96	97	96
3	2015012103	92	98	95	95
4	2015012104	96	91	99	95
5	2015012105	95	94	95	95
6	2015012106	93	98	98	96
7	2015012107	95	93	94	94
8	2015012108	96	97	97	97
9	2015012109	93	94	95	94
10	2015012110	93	92	94	93

3.4.1.2 2015-02-08 实验结果

表 41 样品成膜率测定结果

序号	样品批号	成膜率 / %			平均成膜率 / %
		平行 1	平行 2	平行 3	
1	2015020801	99	97	94	97
2	2015020802	91	93	96	93
3	2015020803	92	94	99	95

4	2015020804	95	98	97	97
5	2015020805	94	95	91	93
6	2015020806	96	97	96	96
7	2015020807	94	94	95	94
8	2015020808	95	97	93	95
9	2015020809	93	95	93	94
10	2015020810	96	95	94	95

3.4.1.3 2015-03-12 实验结果

表 42 样品成膜率测定结果

序号	样品批号	成膜率 / %			平均成膜率 / %
		平行 1	平行 2	平行 3	
1	2015031201	93	97	93	94
2	2015031202	94	93	93	93
3	2015031203	96	93	95	95
4	2015031204	92	92	94	93
5	2015031205	97	94	93	95
6	2015031206	93	92	95	93
7	2015031207	96	97	96	96
8	2015031208	95	94	93	94
9	2015031209	97	95	97	96
10	2015031210	95	98	97	97

3.4.2 海藻酸包膜复合肥

对 30 个批次的水藻酸包膜复合肥进行了成膜率测定实验，每个样品分别做了 3 次平行

实验，结果见表 43-表 45。

3.4.2.1 2015-01-21 检测结果

表 43 成膜率测定结果

序号	样品批号	成膜率 / %			平均成膜率 / %
		平行 1	平行 2	平行 3	
1	2015012111	83	83	82	83
2	2015012112	88	86	87	87
3	2015012113	86	85	86	86
4	2015012114	89	85	81	85
5	2015012115	84	86	85	85
6	2015012116	86	84	88	86
7	2015012117	85	87	86	86
8	2015012118	83	84	85	84
9	2015012119	83	85	85	84
10	2015012120	86	84	85	85

3.4.2.2 2010-08-23 检测结果

表 44 成膜率测定结果

序号	样品批号	成膜率 / %			平均成膜率 / %
		平行 1	平行 2	平行 3	
1	2015020811	86	85	87	86
2	2015020812	89	82	84	85
3	2015020813	87	86	85	86
4	2015020814	89	88	88	88

5	2015020815	81	83	84	83
6	2015020816	82	83	83	83
7	2015020817	85	86	85	85
8	2015020818	85	84	84	84
9	2015020819	84	82	84	83
10	2015020820	85	83	85	84

3.4.2.3 2015-03-12 检测结果

表 45 成膜率测定结果

序号	样品批号	成膜率 / %			平均成膜率 /%
		平行 1	平行 2	平行 3	
1	2015031211	84	83	85	84
2	2015031212	87	85	84	85
3	2015031213	83	84	85	4
4	2015031214	85	83	82	83
5	2015031215	83	83	84	83
6	2015031216	85	83	83	84
7	2015031217	82	84	85	84
8	2015031218	86	82	85	84
9	2015031219	86	86	85	86
10	2015031220	84	83	83	83

3.5、产品稳定性

3.5.1 海藻酸包膜尿素

间隔时间分别为 1 天、2 天、5 天、10 天、30 天，对 2015012103 号产品进行稳定性

实验测定, 结果见表 46。

表 46 稳定性实验结果

测定日期	成膜率%			平均成膜率%
	平行 1	平行 2	平行 3	
2015-01-21	95	94	96	95
2015-01-23	96	95	94	95
2015-01-26	93	94	95	94
2015-01-31	95	93	96	95
2015-02-20	92	93	96	94
RSD%				0.57

上述数据可证明海藻酸包膜尿素产品有着良好的稳定性。

3.5.2 海藻酸包膜复合肥

间隔时间分别为 1 天、2 天、5 天、10 天、30 天, 对 2015012118 号产品进行测定, 实验结果见表 47。

表 47 稳定性实验结果

测定日期	成膜率%	成膜率%	成膜率%	平均成膜率%
	平行 1	平行 2	平行 3	
2015-01-21	83	83	85	84
2015-01-23	83	84	83	83
2015-01-26	83	84	85	84
2015-01-31	82	84	84	84
2015-02-20	84	83	82	83
RSD%				0.66

上述数据可证明海藻酸包膜复合肥产品有着良好的稳定性。

3.6、试验结论

实验分别对 2 个批次的海藻酸包膜尿素产品和 2 个批次的海藻酸包膜复合肥产品进行了精密度实验测定, RSD 均<5%, 由此可证明该检测方法准确可行, 可以用于海藻酸包膜肥

料中成膜率的测定；

对30个批次海藻酸包膜尿素产品和30个批次海藻酸包膜复合肥产品进行了成膜率的测定，结果均>90%，对批号2015012103海藻酸包膜尿素产品和批号2015012118海藻酸包膜复合肥产品进行了产品稳定性实验，间隔时间分别为1天、2天、5天、10天、30天，稳定性实验的RSD分别为0.57%和0.58%，由此可证明海藻酸包膜肥料产品稳定。

4、海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数

4.1、适用范围

含部分海藻酸包膜尿素的掺混肥料。

4.2、试验方法

4.2.1 原理

尿素的比重小于三氯甲烷，其他氮肥、磷肥和钾肥的比重高于三氯甲烷，可将尿素与其他肥料分离。海藻酸包膜尿素在外观颜色和膜特性上与非海藻酸包膜尿素有显著差异，可通过目测分离出海藻酸包膜尿素和普通尿素，分别测定其氮含量，可计算出海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 三氯甲烷

4.2.2.2 500mL 烧杯

4.2.2.3 金属滤网

4.2.2.4 通风橱

4.2.3 分析步骤

4.2.3.1 海藻酸包膜尿素氮占总氮的质量分数的测定

- 1) 称取100 g（准确至0.01 g）混匀、颗粒未粘连的海藻酸包膜掺混肥料于500 mL烧杯中，加入三氯甲烷300 mL摇匀，静置5~10分钟，至不再有颗粒漂浮后，使用金属滤网收集上层漂浮尿素颗粒；
- 2) 将收集的尿素置于通风橱内静置10分钟以上，使三氯甲烷完全挥发；
- 3) 将特定颜色的海藻酸包膜尿素选出后，分别测定分离出的海藻酸尿素(m_1)与普通尿素的质量(m_2)，按GB/T 2441.1的规定测定氮含量，分别记为 N_1 和 N_2 。

4.2.4 分析结果的表述

4.2.4.1 海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数

海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数M，单位%，按式（6）计算：

$$M = \frac{m_1 \times N_1}{m_1 \times N_1 + m_2 \times N_2} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

M——海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数，%；

m_1 ——分离的海藻酸包膜尿素的质量，g；

N_1 ——测得的海藻酸包膜尿素氮含量，%；

m_2 ——分离的普通尿素的质量，g；

N_2 ——测得的普通尿素氮含量，%。

4.3、方法精密度

4.3.1 海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数的检测

4.3.1.1 对批号 2015052103 产品进行精密度测定，结果见表 48

表 48 精密度测定结果

实验编号	海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数 / %
1	42.5
2	42.8
3	42.3
4	43.0
5	41.7
6	42.6
7	42.0
8	42.4
9	41.9
10	41.6
平均 / %	42.3
RSD %	1.11

4.3.1.2 对批号 2015081201 产品进行精密度测定，结果见表 49

表 49 精密度测定结果

实验编号	海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数 / %
1	52.8
2	52.4
3	52.5
4	52.7
5	53.5

6	53.0
7	51.2
8	52.6
9	52.3
10	53.5
平均 / %	52.7
RSD %	1.25

4.4、产品测定结果

4.4.1 海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数

对 30 个批次的含部分海藻酸包膜尿素的掺混肥料进行了海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数测定实验，每个样品分别做了 3 次平行实验，结果见表 50-表 52。

4.4.1.1 2015-10-21 实验结果

表 50 样品海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数测定结果

序号	样品批号	海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数/ %			平均 /%
		平行 1	平行 2	平行 3	
1	2015052101	42.4	42.3	42.5	42.3
2	2015052102	43.8	43.5	43.7	43.6
3	2015052103	45.6	45.4	45.7	45.5
4	2015052104	47.3	47.7	47.5	47.5
5	2015052105	44.2	43.9	44.3	44.1
6	2015052106	41.5	41.2	41.1	41.2
7	2015052107	46.3	46.5	46.5	46.4
8	2015081201	52.6	52.8	52.5	52.6
9	2015081202	62.1	62.5	62.4	62.3
10	2015081203	48.5	48.8	48.3	48.5

4.4.1.2 2015-11-08 实验结果

表 51 样品海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数测定结果

序号	样品批号	海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数 / %			平均/%
		平行 1	平行 2	平行 3	
1	2015060801	52.3	52.5	52.4	52.4
2	2015060802	58.8	58.5	56.0	57.8
3	2015060803	40.7	41.2	40.9	40.9
4	2015060804	45.3	44.7	45.2	45.1
5	2015060805	62.5	63.0	62.8	62.8
6	2015060806	50.4	49.8	50.1	50.1
7	2015060807	47.3	47.4	47.3	47.3
8	2015060808	44.4	44.0	44.5	44.3
9	2015060809	60.8	61.2	60.6	60.9
10	2015060810	55.0	54.7	55.2	55.0

4.4.1.3 2015-11-12 实验结果

表 52 样品海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数测定结果

序号	样品批号	海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数 / %			平均 /%
		平行 1	平行 2	平行 3	
1	2015091201	43.5	43.8	43.3	43.5
2	2015091202	46.1	45.6	46.2	46.0
3	2015091203	42.3	42.5	42.1	42.3
4	2015091204	48.8	48.3	48.4	48.5
5	2015091205	45.2	45.5	45.2	45.3

6	2015091206	43.8	43.7	43.5	43.7
7	2015091207	47.6	48.1	47.7	47.8
8	2015091208	52.8	52.4	53.0	52.7
9	2015091209	55.0	55.2	55.1	55.1
10	2015091210	54.2	53.8	54.4	54.1

4.5、产品稳定性

4.5.1 海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数

间隔时间分别为 1 天、2 天、5 天、10 天、30 天，对 2015052103 号产品进行稳定性实验测定，结果见表 53。

表 53 稳定性实验结果

测定日期	海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数%			平均%
	平行 1	平行 2	平行 3	
2015-10-21	45.6	45.4	45.7	45.5
2015-10-22	45.3	45.5	45.2	45.2
2015-10-23	45.3	45.4	45.3	45.3
2015-10-26	44.8	44.9	45.2	45.0
2015-10-31	45.9	45.5	45.6	45.7
2015-11-20	45.5	46.3	46.0	45.9
RSD%				0.33

上述数据可证明海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数检测方法有着良好的稳定性。

4.6、试验结论

实验分别对 2 个批次的含部分海藻酸包膜尿素的掺混肥料进行了精密度实验测定，RSD 均<5%，由此可证明该检测方法准确可行，可以用于含部分海藻酸包膜尿素的掺混肥料中海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数的测定；

对 30 个批次的含部分海藻酸包膜尿素的掺混肥料进行了海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数的测定，结果均>40%，对批号 2015052103 海藻酸包膜尿素产品进行了产品稳定性实验，间隔时间分别为 1 天、2 天、5 天、10 天、30 天，稳定性实验的 RSD 为 0.33%，由此可证明海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数检测方法有着良好的稳定性。

（三）产品技术指标的确定

1、海藻酸包膜尿素产品海藻酸含量、成膜率、氨挥发抑制率的确定

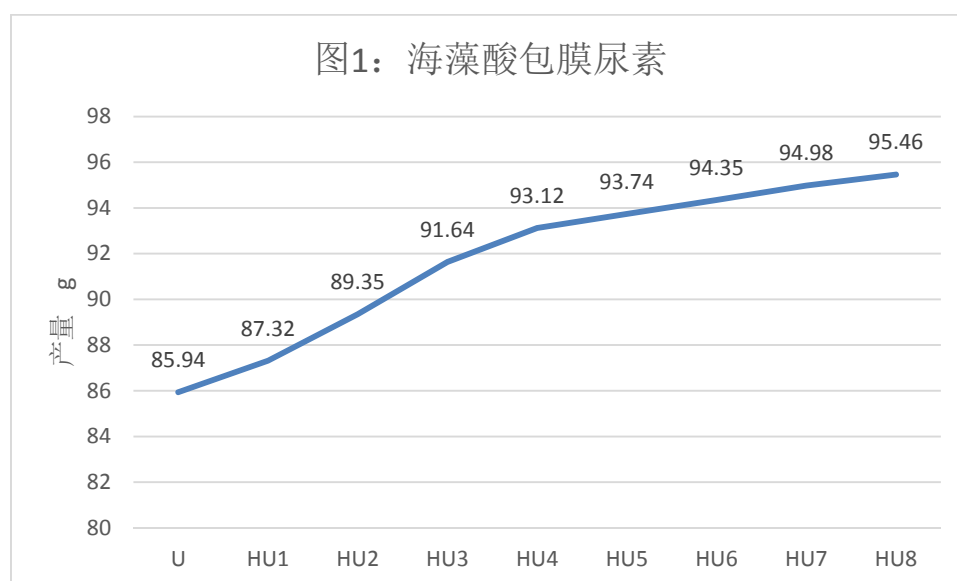
1.1 海藻酸含量指标的确定

采用不同海藻酸含量的海藻酸包膜液对尿素进行包裹处理，并分别进行了土柱试验，通过土柱试验中玉米产量对海藻酸增效的响应确定海藻酸包膜尿素中海藻酸含量指标。玉米土柱栽培试验于 2010 年 5 月开始，试验选用直径为 25 cm（内径）、高 100 cm PVC 管，埋入土中，上口高出地面 3 cm，以防止降水地表径流流入，下不封口，与自然土壤直接接触，模拟田间自然栽培状态。每个土柱装干土 55 kg。

设置 U（普通尿素）、HU1、HU2、HU3、HU4、HU5、HU6、HU7、HU8 等 9 个处理，6 次重复，氮肥施用水平均为 0.15gN/kg 土，玉米品种为郑单 958，于 2010 年 5 月 30 日播种，9 月 12 日收获，样品风干后，测定玉米产量与海藻酸含量的线性增效关系。

表 54 不同海藻酸添加量的海藻酸包膜尿素对玉米产量的影响统计表

海藻酸包膜尿素	U	HU1	HU2	HU3	HU4	HU5	HU6	HU7	HU8
海藻酸含量 %	/	0.018	0.035	0.051	0.072	0.089	0.115	0.128	0.152
产量/g	85.94	87.32	89.35	91.64	93.12	93.74	94.35	94.98	95.46
分别比 U 增产/%	/	1.61	3.97	6.63	8.35	9.07	9.79	10.52	11.08

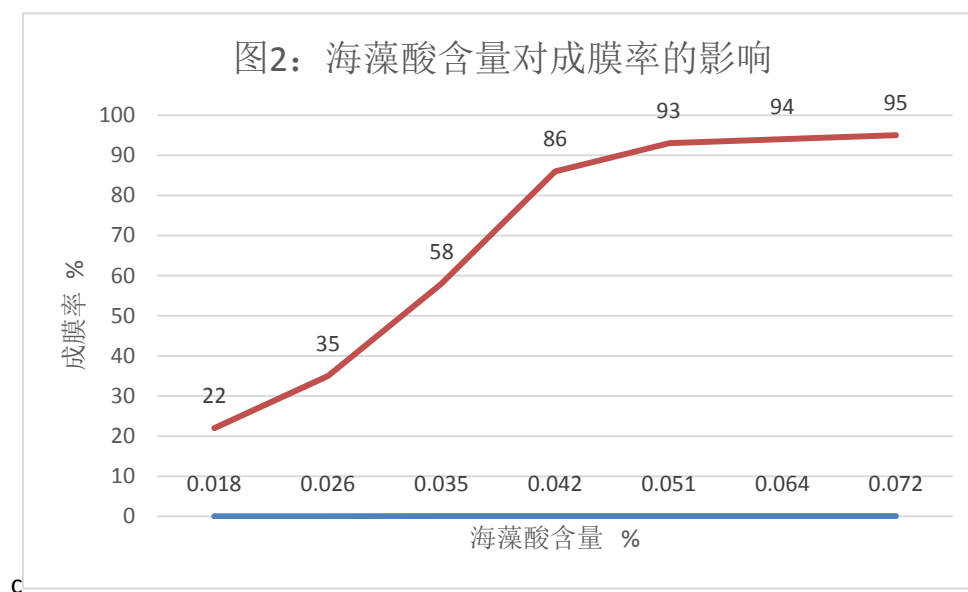


由图 1 可以看出，玉米产量随尿素中海藻酸添加量的呈先快速增长后平缓稳定的趋势。HU3 处理即可达到比普通尿素增产 5% 以上，增产效果显著。同时考虑到生产成本和投入产出比的高效要求，标准中设定海藻酸含量的技术要求为 $\geq 0.05\%$ 。

1.2 成膜率指标的确定

1.2.1 不同海藻酸含量的海藻酸包膜尿素的成膜率检测试验。

对海藻酸含量分别为 0.018%、0.026%、0.035%、0.042%、0.051%、0.064%、0.072% 的海藻酸包膜尿素样品进行成膜率实验，设置 7 个处理，6 次重复。结果见下图：



由上图可知，当海藻酸含量为 $\geq 0.05\%$ ，海藻酸包膜尿素的成膜率可以达到 90%以上。

1.2.2 海藻酸含量 $\geq 0.05\%$ 的海藻酸包膜尿素的成膜率测定试验

我们分别对 10 个批次的已测得海藻酸含量的海藻酸包膜尿素产品进行成膜率测定，结果见下表 55：

表 55 海藻酸含量 $\geq 0.05\%$ 的海藻酸包膜尿素成膜率

序号	海藻酸包膜尿素	
	海藻酸含量%	成膜率%
1	0.07	93
2	0.06	92
3	0.06	93
4	0.05	92
5	0.07	94
6	0.06	93
7	0.06	93
8	0.05	92
9	0.06	93
10	0.07	94

由上表可知，当海藻酸含量达到 0.05%以上时，海藻酸包膜尿素的成膜率大于 90%。因此标准中设定海藻酸包膜尿素成膜率的技术要求为 $\geq 90\%$ 。

1.3 氨挥发抑制率指标的确定

与普通尿素相比，海藻酸包膜尿素可显著降低氮肥的氨挥发损失。研究表明，海藻酸包膜可通过物理阻隔和抑制土壤脲酶活性两方面的综合作用，实现尿素氮肥的氨挥发损失减少和氮肥利用率的提高。

分别对 10 个批次的已测得海藻酸含量的海藻酸包膜尿素产品进行氨挥发抑制率测定，结果见下表 56：

表 56 不同海藻酸含量的海藻酸包膜尿素氨挥发抑制率测定

序号	海藻酸含量%	氨挥发抑制率%
1	0.07	13.2
2	0.06	12.5
3	0.06	12.3
4	0.05	11.5
5	0.07	13.5
6	0.06	12.4
7	0.06	12.5
8	0.05	11.2
9	0.06	12.8
10	0.07	13.6

由表可知,当海藻酸含量达到 0.05%以上时,氨挥发抑制率大于 10%,因此标准中设定氨挥发抑制率的技术要求为 $\geq 10\%$ 。

2、含部分海藻酸包膜尿素的掺混肥料中海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数指标的确定

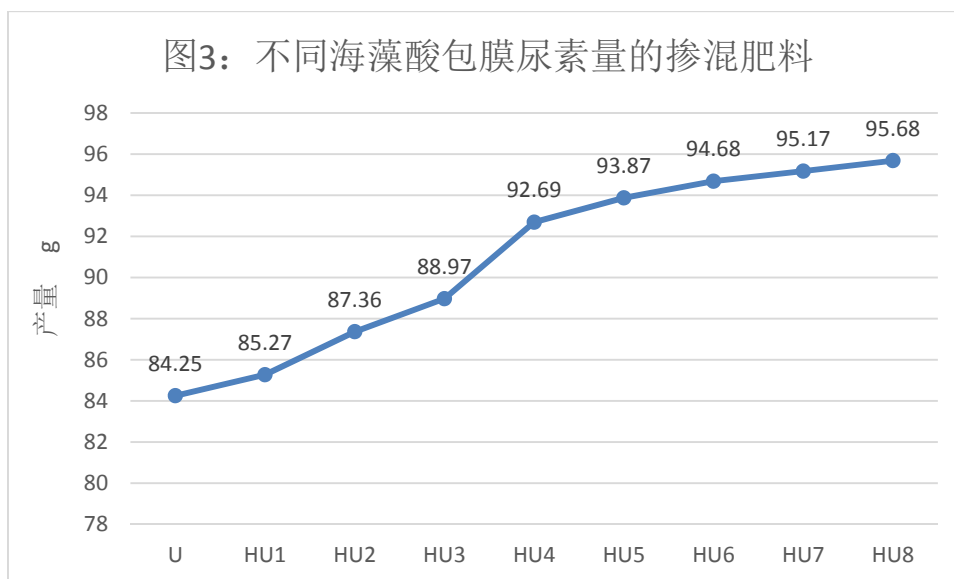
配制不同海藻酸包膜尿素氮比例的含部分海藻酸包膜尿素的掺混肥料,并分别进行了土柱试验,通过土柱试验中玉米产量对海藻酸包膜尿素量的响应确定含部分海藻酸包膜尿素的掺混肥料中海藻酸包膜尿素氮的指标。

玉米土柱栽培试验于 2011 年 5 月开始,试验选用直径为 25 cm (内径)、高 100 cm PVC 管,埋入土中,上口高出地面 3 cm,以防止降水地表径流流入,下不封口,与自然土壤直接接触,模拟田间自然栽培状态。每个土柱装干土 55 kg。

设置 U (不含海藻酸包膜尿素的等养分掺混肥料)、HU1、HU2、HU3、HU4、HU5、HU6、HU7、HU8 等 9 个处理,6 次重复,玉米品种为郑单 958,于 2011 年 5 月 25 日播种,9 月 15 日收获,样品风干后,测定玉米产量与海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数的线性增效关系。

表 57 不同海藻酸包膜尿素量的掺混肥料对玉米产量的影响统计表

含部分海藻酸包膜尿素的掺混肥料	U	HU1	HU2	HU3	HU4	HU5	HU6	HU7	HU8
海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数%	/	10.2	20.3	30.6	39.8	50.1	59.9	70.5	81.4
产量/g	84.25	85.27	87.36	88.97	92.69	93.87	94.68	95.17	95.68
分别比 U 增产/%	/	1.21	3.69	5.60	10.01	11.42	12.38	12.96	13.57



由图 3 可以看出，玉米产量随掺混肥料中海藻酸包膜尿素添加量的增大呈先快速增长后平缓稳定的趋势。HU4 处理即可达到比普通尿素增产 10%以上，增产效果显著。同时考虑到生产成本和投入产出比的高效要求，标准中设定海藻酸包膜尿素氮占尿素总氮的质量分数为 $\geq 40.0\%$ 。

2、海藻酸复合肥料中海藻酸含量、成膜率、氨挥发抑制率指标的确定

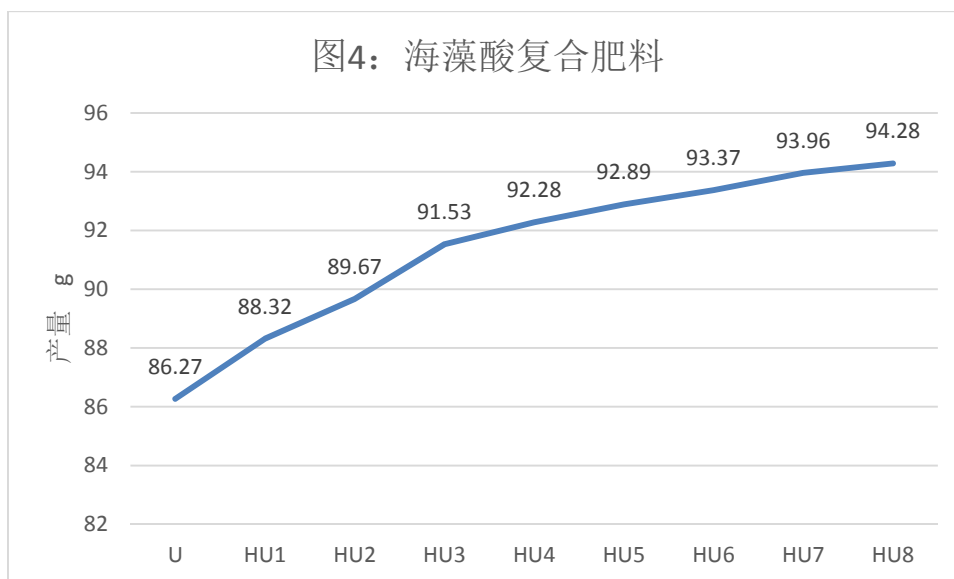
2.1 海藻酸含量指标的确定

使用已知不同海藻酸含量的海藻酸复合肥料，并分别进行了土柱试验，通过土柱试验中玉米产量对不同海藻酸含量增效的响应确定海藻酸复合肥料中海藻酸的含量指标。玉米土柱栽培试验于 2012 年 5 月开始，试验选用直径为 25 cm（内径）、高 100 cm PVC 管，埋入土中，上口高出地面 3 cm，以防止降水地表径流流入，下不封口，与自然土壤直接接触，模拟田间自然栽培状态。每个土柱装干土 55 kg。

设置 U（不含海藻酸的等养分复合肥料）、HU1、HU2、HU3、HU4、HU5、HU6、HU7、HU8 等 9 个处理，6 次重复，同等施用量，玉米品种为郑单 958，于 2012 年 6 月 2 日播种，9 月 14 日收获，样品风干后，测定玉米产量与海藻酸含量的线性增效关系。

表 58 不同海藻酸含量的海藻酸复合肥料对玉米产量的影响统计表

海藻酸复合肥	U	HU1	HU2	HU3	HU4	HU5	HU6	HU7	HU8
海藻酸含量%	/	0.012	0.031	0.049	0.070	0.088	0.113	0.127	0.152
产量/g	86.27	88.32	89.67	91.53	92.28	92.89	93.37	93.96	94.28
分别比 U 增产/%	/	2.38	3.94	6.10	6.97	7.67	8.23	8.91	9.28

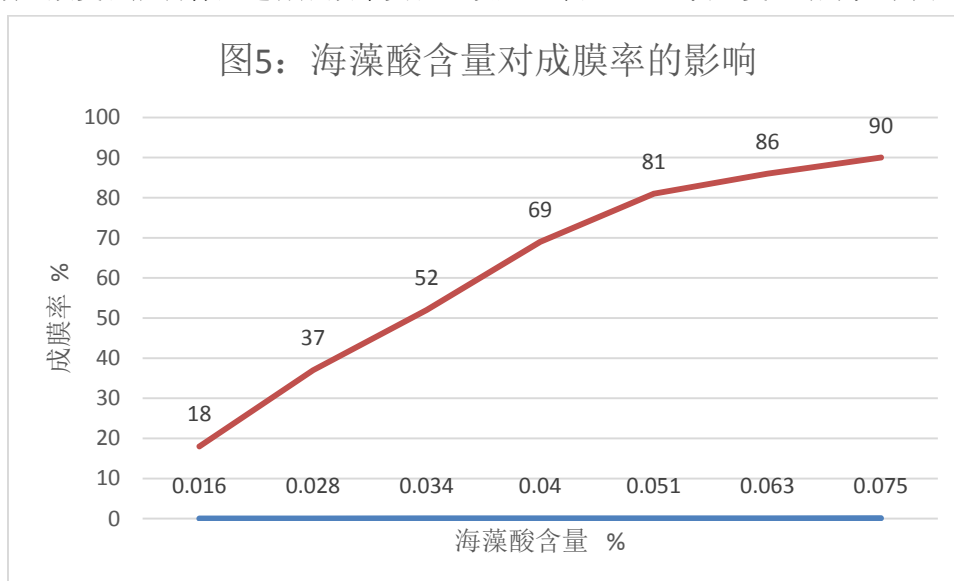


由图 4 可以看出，玉米产量随复合肥料中海藻酸量的增加呈先快速增长后平缓稳定的趋势。HU3 处理即可达到比普通复合肥料增产 6% 以上，增产效果显著。同时考虑到生产成本和投入产出比的要求，标准中设定海藻酸含量的技术要求为 $\geq 0.05\%$ 。

2.2 成膜率指标的确定

1.2.1 不同海藻酸含量的海藻酸包膜复合肥料的成膜率检测试验。

对海藻酸含量分别为 0.016%、0.028%、0.034%、0.040%、0.051%、0.063%、0.075% 的海藻酸包膜复合肥料样品进行成膜率实验，设置 7 个处理，6 次重复。结果见下图：



由上图可知，当海藻酸含量为 $\geq 0.05\%$ ，海藻酸包膜复合肥料的成膜率可以达到 80% 以上。

2.2.2 海藻酸含量 $\geq 0.05\%$ 的海藻酸包膜复合肥料的成膜率测定试验

我们分别对 10 个批次的已测得海藻酸含量的海藻酸包膜复合肥产品进行成膜率测定，结果见下表 59：

表 59 海藻酸含量 $\geq 0.05\%$ 的海藻酸包膜复合肥料的成膜率

序号	海藻酸包膜复合肥料	
	海藻酸含量%	成膜率%

1	0.06	85
2	0.06	85
3	0.05	82
4	0.07	89
5	0.06	86
6	0.06	84
7	0.05	81
8	0.07	90
9	0.06	87
10	0.06	86

由上表可知,当海藻酸含量达到0.05%以上时,海藻酸包膜复合肥料的成膜率大于80%。因此标准中设定海藻酸包膜复合肥料成膜率的技术要求为 $\geq 80\%$ 。

2.3 氨挥发抑制率指标的确定

与普通复合肥料相比,海藻酸复合肥料可显著降低氮肥的氨挥发损失。研究表明,海藻酸可通过抑制土壤脲酶活性,实现酰胺态氮肥的氨挥发损失减少和氮肥利用率的提高。

分别对10个批次的已测得海藻酸含量的海藻酸复合肥料产品进行氨挥发抑制率测定,结果见下表60:

表 60 不同海藻酸含量的海藻酸复合肥料氨挥发抑制率测定

序号	海藻酸含量%	氨挥发抑制率%
1	0.07	5.9
2	0.06	5.5
3	0.06	5.3
4	0.05	5.2
5	0.07	5.8
6	0.06	5.4
7	0.06	5.6
8	0.05	5.1
9	0.06	5.8
10	0.07	6.2

由表可知,当海藻酸含量达到0.05%以上时,氨挥发抑制率大于5%,因此标准中设定氨挥发抑制率的技术要求为 $\geq 5\%$ 。

3、含海藻酸水溶肥料中海藻酸含量指标的确定

3.1 含海藻酸水溶肥料（固体）中海藻酸含量指标的确定

采用不同海藻酸含量的海藻酸水溶肥料（固体型），并分别进行了大田试验，通过大田试验中芹菜产量对海藻酸增效的响应确定含海藻酸水溶肥料中海藻酸含量指标。

芹菜大田栽培试验于 2013 年 4 月开始，试验用地土壤为潮褐土、轻壤，前茬作物为小白菜，前茬作物亩施肥量为复合肥 25kg，追肥 1 次，亩追尿素 240kg。前茬作物产量为 1250kg/亩。试验田土壤养分状况见表 61：

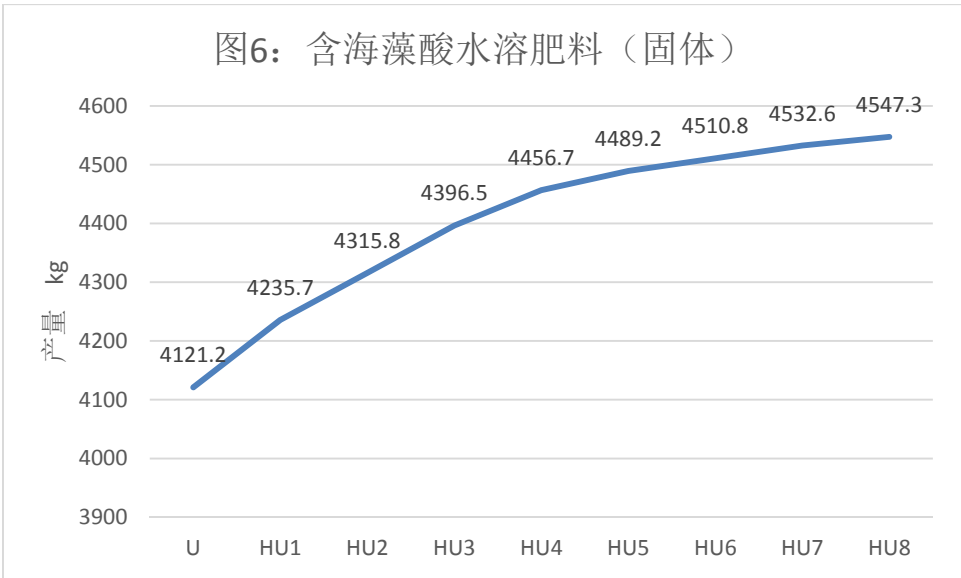
表 61 试验田土壤养分状况表

分析项目	有机质 g/kg	全氮 g/kg	有效磷 mg/kg	速效钾 mg/kg	pH
分析结果	23.6	2.08	60	120	8.1

设置 U（不含海藻酸的等养分水溶肥料）、HU1、HU2、HU3、HU4、HU5、HU6、HU7、HU8 等 9 个处理，每个处理面积为 1 亩，3 次重复。芹菜品种为皇后，于 2013 年 4 月 14 日定植，于 2013 年 4 月 25 日、5 月 5 日、5 月 15 日分三次施用，每次亩用量 10kg，2013 年 6 月 2 日收获，样品收获后，测定芹菜产量与海藻酸含量的线性增效关系。

表 62 不同海藻酸添加量的含海藻酸水溶肥料对芹菜产量的影响统计表

含海藻酸水溶肥料	U	HU1	HU2	HU3	HU4	HU5	HU6	HU7	HU8
海藻酸含量%	0	0.48	1.02	1.49	2.03	2.51	3.10	3.56	4.16
产量/kg	4121.2	4235.7	4315.8	4396.5	4456.7	4489.2	4510.8	4532.6	4547.3
分别比 U 增产/%	/	2.78	4.72	6.68	8.14	8.93	9.45	9.98	10.34



由图 6 可以看出，芹菜产量随水溶肥料中海藻酸的增加量呈先快速增长后平缓稳定的趋势。HU3 处理即可达到比不含海藻酸的等养分水溶肥料增产 6%以上，增产效果显著。同时出于生产成本和投入产出比的考虑，标准中设定海藻酸含量的技术要求为 $\geq 1.5\%$ 。

3.2 含海藻酸水溶肥料（液体）中海藻酸含量指标的确定

采用不同海藻酸含量的海藻酸水溶肥料（液体型），并分别进行了大田试验，通过大田试验中芹菜产量对海藻酸增效的响应确定含海藻酸水溶肥料中海藻酸含量指标。

芹菜大田栽培试验于 2013 年 4 月开始, 试验用地土壤为潮褐土、轻壤, 前茬作物为小白菜, 前茬作物亩施肥量为复合肥 25kg, 追肥 1 次, 亩追尿素 240kg。前茬作物产量为 1250kg/亩。试验田土壤养分状况见表 63:

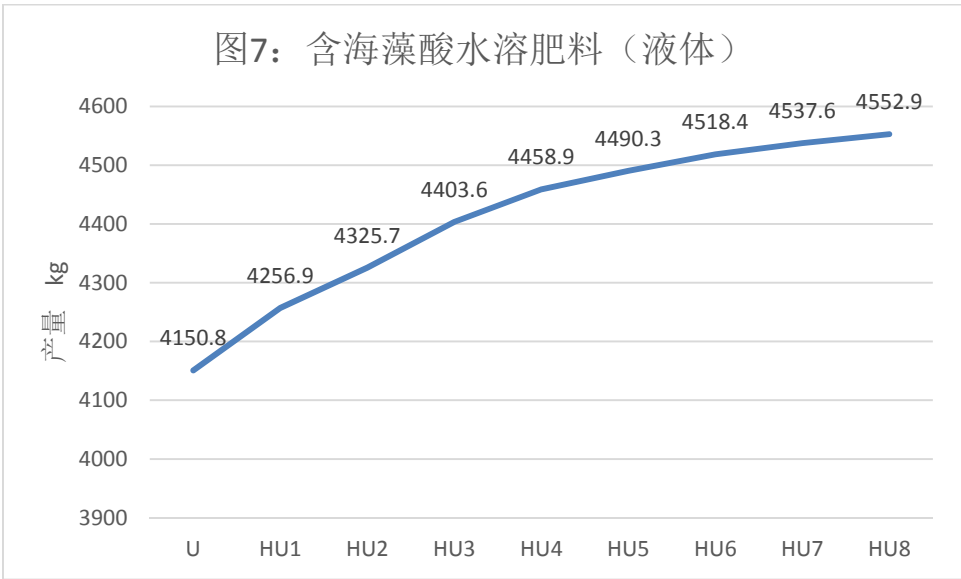
表 63 试验田土壤养分状况表

分析项目	有机质 g/kg	全氮 g/kg	有效磷 mg/kg	速效钾 mg/kg	pH
分析结果	23.6	2.08	60	120	8.1

设置 U (不含海藻酸的等养分水溶肥料)、HU1、HU2、HU3、HU4、HU5、HU6、HU7、HU8 等 9 个处理, 每个处理面积为 1 亩, 3 次重复。芹菜品种为皇后, 于 2013 年 4 月 14 日定植, 于 2013 年 4 月 25 日、5 月 5 日、5 月 15 日分三次施用, 每次亩用量 10kg, 2013 年 6 月 2 日收获, 样品收获后, 测定芹菜产量与海藻酸含量的线性关系。

表 64 不同海藻酸添加量的含海藻酸水溶肥料对芹菜产量的影响统计表

含海藻酸水溶肥料	U	HU1	HU2	HU3	HU4	HU5	HU6	HU7	HU8
海藻酸含量/g/L	0	4.9	10.1	15.0	20.2	24.9	30.1	35.3	40.8
产量/kg	4150.8	4256.9	4325.7	4403.6	4458.9	4490.3	4518.4	4537.6	4552.9
分别比 U 增产/%	/	2.56	4.21	6.10	7.42	8.18	8.86	9.32	9.69



由图 7 可以看出, 芹菜产量随水溶肥料中海藻酸的增加量呈先快速增长后平缓稳定的趋势。HU3 处理即可达到比不含海藻酸的等养分水溶肥料增产 6% 以上, 增产效果显著。同时出于生产成本和投入产出比的考虑, 标准中设定海藻酸含量的技术要求为 $\geq 15\text{g/L}$ 。

四、采用标准情况

目前国际尚没有系列海藻酸类肥料的检测标准,国内有在山东省质量技术监督局备案的海藻酸包膜尿素、海藻酸复合肥料、海藻酸水溶肥料等企业标准,农业部肥料登记采用咔唑比色法测定海藻酸含量。国内外的有关海藻酸的标准关于海藻酸的含量仅有定性方法,本标准的测定方法原理与农业部肥料登记评审使用的测定海藻酸含量的方法相同。本标准在企业标准的基础上增加了成膜率指标,可用于评价海藻酸包膜尿素和海藻酸包膜复合肥料的产品质量。检验规则,标识,包装、运输和贮存等要求参考了现行的《尿素》、《复混肥料(复合肥料)》、《水溶性肥料》国家和行业标准中的规定。

五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准与现行的法律、法规没有矛盾,较企业标准有明显提高。

2015 年中央 1 号文件指出,“在资源环境硬约束下保障农产品有效供给和质量安全、提升农业可持续发展能力”、“从追求产量和依赖资源消耗的粗放经营转到数量质量效益并重、注重科技创新、注重可持续的集约发展上来,走产出高效、产品安全、资源节约、环境友好的现代农业发展道路”、“深入推进粮食高产创建和绿色增产模式攻关”。2015 年,农业部将在全国范围内实施**化肥使用量零增长**行动,力争到 2020 年主要农作物化肥使用量实现零增长。2015 年 3 月 24 日,中央政治局审议通过《关于加快推进生态文明建设的意见》,强调加快推动生产方式绿色化,构建科技含量高、资源消耗低、环境污染少的产业结构和生产方式,大幅提高经济绿色化程度,加快发展绿色产业。《化肥工业“十二五”发展规划》的重点任务之一是加快结构调整,优化品种结构,明确提出:“改进提升尿素、磷铵、氯化钾和硫酸钾(镁)等基础肥料”。海藻酸类肥料可显著提高肥料利用率,降低氮肥损失,减低环境风险,节约肥料资源,可为实现我国化肥零增长、构建绿色增产模式、建设生态文明和资源可持续利用做出贡献。

六、标准性质的建议说明

建议本标准作为推荐性化工行业标准颁布实施。

七、贯彻标准的要求和措施建议

建议开展本行业标准海藻酸含量、氨挥发抑制率、成膜率的检测技术的培训工作。

八、存在问题

暂无

标准起草工作组

2015-11-26