

ICS 65.080

G 21

备案号:30126—2011

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4137—2010

---

### 脲醛缓释肥料

Urea aldehyde slow release fertilizer

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准依据 GB/T 1.1《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》起草。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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。

本标准负责起草单位：国家化肥质量监督检验中心(上海)、汉枫缓释肥料有限公司。

本标准参加起草单位：中国农业大学。

本标准主要起草人：刘刚、吕云峰、范宾、齐云峰、曹一平、段路路、李金凯。

本标准为首次发布。

## 脲醛缓释肥料

### 1 范围

本标准规定了脲醛缓释肥料的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于由尿素和醛类在一定条件下反应制得的有机微溶性氮缓释肥料,主要的品种有脲甲醛(UF/MU)、异丁叉二脲(IBDU)和丁烯叉二脲(CDU)。

本标准也适用于含有脲醛缓释肥料的复混肥料或掺混肥料。

### 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/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 8572—2009 复混肥料中总氮含量测定 蒸馏后滴定法

GB/T 8577 复混肥料中游离水的测定 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(neq ISO 7409:1984)

GB/T 19203 复混肥料中钙、镁、硫含量的测定

GB/T 22924 复混肥料(复合肥料)中缩二脲含量的测定

GB/T 23348—2009 缓释肥料

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

### 3 术语和定义

GB/T 23348界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用,以下重复列出了 GB/T 23348 中的某些术语和定义。

#### 3.1

**缓释肥料** slow release fertilizer

通过养分的化学复合或物理作用,使其对作物的有效态养分随着时间而缓慢释放的化学肥料。

[GB/T 23348—2009,定义 3.1]

#### 3.2

**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有机微溶性氮缓释肥料。

#### 3.3

**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 15 min,未溶出的氮。

#### 3.4

**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 30 min,未溶出的氮。

## 3.5

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 pH7.5 磷酸盐缓冲溶液中溶出的氮。  
onlyHWSN=CWIN-HWIN。

## 3.6

缓释有效氮 slow available nitrogen, SAN

表征对植物有效的缓释氮,脲甲醛(UF/MU)以仅热水溶性氮(onlyHWSN)计,异丁叉二脲(IBDU)、丁烯叉二脲(CDU)以冷水不溶性氮(CWIN)计,含有部分脲醛缓释肥的肥料以冷水不溶性氮(CWIN)计。

## 3.7

活性系数 activity index, AI(%)

表征冷水不溶性氮在土壤中转化成有效态氮的比率,  $AI = (CWIN - HWIN) \times 100 \% / CWIN$ 。

## 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 脲醛缓释肥料产品应符合表 1 要求,并应符合标明值。

表 1 脲醛缓释肥料的要求

单位为%

项 目	指 标		
	脲甲醛(UF/MU)	异丁叉二脲(IBDU)	丁烯叉二脲(CDU)
总氮(TN)的质量分数 $\geq$	36.0	28.0	28.0
尿素氮(UN)的质量分数 $\leq$	5.0	3.0	3.0
冷水不溶性氮(CWIN)的质量分数 $\geq$	14.0	25.0	25.0
热水不溶性氮(HWIN)的质量分数 $\leq$	16.0	—	—
缓释有效氮的质量分数 $\geq$	8.0	25.0	25.0
活性系数(AI) $\geq$	40	—	—
水分(H <sub>2</sub> O)的质量分数 <sup>a</sup> $\leq$	3.0		
粒度(1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm) <sup>b</sup> $\geq$	90		
<sup>a</sup> 对于粉状产品,水分的质量分数 $\leq 5.0\%$ 。			
<sup>b</sup> 对于粉状产品,粒度不做要求。特殊形状或更大颗粒(粉状除外)产品的粒度可由供需双方协议确定。			

4.3 肥料中掺有一定量脲醛缓释肥料的脲醛缓释氮肥、脲醛缓释复混肥料、脲醛缓释掺混肥料应符合表 2 的要求,同时应符合包装标明值和相应国家标准的要求。

表 2 含有部分脲醛缓释肥的肥料的要求

单位为%

项 目	指 标
缓释有效氮的质量分数(以冷水不溶性氮 CWIN 计) <sup>a</sup> $\geq$	标明值
总氮(TN)的质量分数 <sup>b</sup> $\geq$	18.0
中量元素单一养分的质量分数(以单质计) <sup>c</sup> $\geq$	2.0
微量元素单一养分的质量分数(以单质计) <sup>d</sup> $\geq$	0.02
<sup>a</sup> 肥料为单一氮养分时,缓释有效氮(以冷水不溶性氮 CWIN 计)不应小于 4.0%;肥料养分为两种或两种以上时,缓释有效氮(以冷水不溶性氮 CWIN 计)应不小于 2.0%。应注明缓释氮的形式,如脲甲醛(UF/MU)、异丁叉二脲(IBDU)、丁烯叉二脲(CDU)。	
<sup>b</sup> 该项目仅适用于含有一定量脲醛缓释肥料的缓释氮肥。	
<sup>c</sup> 包装容器标明含有钙、镁、硫时检测该项指标。	
<sup>d</sup> 包装容器标明含有铜、铁、锰、锌、硼、钼时检测该项指标。	

#### 4.4 缩二脲的质量分数

符合供需双方约定的要求。

### 5 试验方法

**警告**——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。本标准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。

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应按 HG/T 2843 的规定。

#### 5.1 外观

目视法测定。

#### 5.2 总氮(TN)含量的测定

按 GB/T 8572 中的规定进行。含硝态氮的样品或未知样,按 GB/T 8572 中的 6.2.6 进行试料处理和蒸馏,其他情况按 GB/T 8572 中的 6.2.4 进行试料处理和蒸馏。

#### 5.3 尿素氮(UN)含量的测定

##### 5.3.1 原理

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。

##### 5.3.2 试剂和材料

###### 5.3.2.1 脲酶;

###### 5.3.2.2 乙醇:95 %;

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

###### 5.3.2.4 溴甲酚绿-甲基橙混合指示液;

###### 5.3.2.5 中性脲酶溶液:新鲜的 1 % 商品脲酶溶液;或者把 1g 脲酶粉末溶解到 100 mL 水中;应定期检测脲酶溶液活性。如果 20 mL 脲酶溶液无法水解 0.1 g 尿素,则将该溶液弃去并重新配制。

##### 5.3.3 仪器和设备

###### 5.3.3.1 通常用实验室用仪器;

###### 5.3.3.2 水浴:温度可控制在 $40\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ ;

###### 5.3.3.3 振荡器;

###### 5.3.3.4 碘量瓶。

##### 5.3.4 分析步骤

做两份试料的平行测定。

###### 5.3.4.1 试液制备

称取 5 g 试料(精确至 0.000 2 g)于 500 mL 容量瓶中,加入 200 mL 水,在室温下振荡 30 min。加水至刻度,混合均匀,干过滤。

###### 5.3.4.2 测定

量取  $V_1$  (mL) 试液(含相当 0.1 g 尿素)于 300 mL 碘量瓶中,加入 4 滴指示液,用硫酸标准滴定溶液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。再量取  $V_1$  (mL) 试液于 300 mL 锥形瓶中,加入上述体积的硫酸标准滴定溶液,再加入 25 mL 中性脲酶溶液,塞紧瓶塞。用力振荡 2 min,在  $40\text{ }^\circ\text{C}$  水浴下静置 30 min 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,记下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  $V_3$ 。

##### 5.3.5 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(1)计算:

$$w_1 = \frac{c_1(V_2 - V_3) \times 14.01}{m_1 \times 1000 \times V_1 / 500} \times 100 = \frac{c_1(V_2 - V_3)}{m_1 V_1} \times 700.5 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c_1$ ——硫酸标准滴定溶液的浓度的数值,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的数值,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的数值,单位为毫升(mL);

14.01——氮的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

$m_1$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

$V_1$ ——测定时吸取试样溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

500——试样溶液总体积的数值,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。

### 5.3.6 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 %。

## 5.4 冷水不溶性氮(CWIN)含量的测定

### 5.4.1 原理

试样经 25 °C 的 pH 7.5 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。

### 5.4.2 试剂和材料

#### 5.4.2.1 硫酸。

#### 5.4.2.2 无水乙醇。

5.4.2.3 混合催化剂:将 1 000 g 硫酸钾和 50 g 五水硫酸铜充分混合,并仔细研磨。

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

5.4.2.5 氢氧化钠溶液:400 g/L。

5.4.2.6 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.7 磷酸盐缓冲溶液:pH 7.5。14.3 g 磷酸二氢钾和 91.0 g 磷酸氢二钾溶解在水中,并稀释到 1 L。取 100 mL 再用水稀释到 1 L。

5.4.2.8 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

### 5.4.3 仪器和设备

5.4.3.1 通常用实验室用仪器;

5.4.3.2 水浴:温度可控制在  $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ;

5.4.3.3 消化仪器及加热装置:按 GB/T 8572 配置;

5.4.3.4 蒸馏仪器及加热装置:按 GB/T 8572 配置;

5.4.3.5 防爆沸颗粒或防爆沸装置:按 GB/T 8572 配置。

### 5.4.4 分析步骤

做两份试料平行测定。

称取 1 g 试样(精确至 0.000 2 g)放入 50 mL 锥形瓶中,向锥形瓶中加入少量乙醇,再加入 25 °C 的磷酸盐缓冲溶液 20 mL,在  $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  的水浴中放置 15 min,放置期间每 5 min 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 250 mL 为止。

按 5.2 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。

### 5.4.5 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(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_4 - V_5)c_2 \times 14.01}{m_2 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

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

$c_2$ ——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);

14.01——氮的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

$m_2$ ——试料的质量的数值,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。

#### 5.4.6 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%。

### 5.5 热水不溶性氮(HWIN)的测定及活性系数(AI)的计算

#### 5.5.1 原理

试样经100℃的pH 7.5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。

#### 5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 5.4.2中的全部试剂和材料;

5.5.2.2 碳酸钙;

5.5.2.3 硅藻土。

#### 5.5.3 仪器和设备

5.5.3.1 通常实验室用仪器;

5.5.3.2 水浴:温度可以控制在100℃±2℃;

5.5.3.3 其他同5.4.3.3、5.4.3.4、5.4.3.5。

#### 5.5.4 分析步骤

做两份试料平行测定。

称取相当于含冷水不溶性氮0.12g的试样(精确至0.0002g)放入250mL碘量瓶中。对于含脲醛缓释肥的复混肥料或掺混肥料,应加入0.5g碳酸钙。向碘量瓶中加入100℃的磷酸盐缓冲溶液100mL,搅拌后盖上塞子,立即放入到沸水浴中(碘量瓶中的液面要低于水浴的水面),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,过滤应在4min内完成;如果过滤时间超过4min,停止实验,重新称取试样再次进行同样操作,并在加热后从水浴中将碘量瓶取出前,加入1g硅藻土搅拌后再进行过滤。用约100mL沸水将滤纸中的不溶物充分冲洗。应在滤液出现絮状物前或温度降到60℃前过滤完毕。

按5.2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热水不溶性氮(HWIN)的含量。同时进行空白试验。

#### 5.5.5 分析结果的表述

##### 5.5.5.1 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(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V_6 - V_7)c_3 \times 14.01}{m_3 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

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

$V_7$ ——测定时,消耗氢氧化钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c_3$ ——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);

14.01——氮的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

$m_3$ ——试料质量的数值,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。

#### 5.5.5.2 仅热水溶性氮(only HWSN)的含量

仅热水溶性氮(only HWSN)的质量分数  $w_4$ , 数值以%表示, 按式(4)计算:

$$w_4 = w_2 - w_3 \dots\dots\dots (4)$$

#### 5.5.5.3 活性系数(AI), 数值以%表示, 按式(5)计算:

$$AI = \frac{w_4}{w_2} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

#### 5.5.6 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%。

#### 5.6 水分的测定

按 GB/T 8577 中的规定进行。

#### 5.7 缩二脲的测定

当供需双方对产品的缩二脲含量有检验要求时, 按 GB/T 22924 中的规定进行。

#### 5.8 含有部分脲醛缓释肥料的肥料中缓释有效氮的测定

按 5.4 中的规定进行。

#### 5.9 钙、镁、硫的测定

按 GB/T 19203 中的规定进行。

#### 5.10 铜、铁、锰、锌、硼、钼的测定

按 GB/T 14540 中的规定进行。

### 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。表 1 中除尿素氮含量外的项目以及表 2 中的所有项目均为出厂检验项目。型式检验包括全部检验项目, 有下列情况之一时进行:

- a) 新产品投产或产品鉴定时;
- b) 正式生产时, 原料、工艺或设备发生变化时;
- c) 正式生产时, 定期或积累到一定量后, 至少每半年进行一次;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 停产 6 个月以上恢复生产时;
- f) 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, 以一天或两天的产量为一批, 最大批量为 500 t。

#### 6.3 采样方案

##### 6.3.1 袋装产品

不超过 512 袋时, 按表 3 确定采样袋数; 大于 512 袋时, 按式(6)计算结果确定最少采样袋数, 如遇小数, 则进为整数。

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$n$ ——最少采样袋数;

$N$ ——每批产品总袋数。



表3 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		

按表3或式(6)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3/4处,取出不少于100g样品,每批采取总样品量不得少于2kg。

### 6.3.2 散装产品

散装产品及吨包装产品按GB/T 6679规定进行。

## 6.4 样品缩分和试样制备

### 6.4.1 样品缩分

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,密封并贴上标签,注明生产企业名称、产品名称、产品类别、产品等级、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。

### 6.4.2 试样制备

由6.4.1中取一瓶样品,经多次缩分后取出约100g样品,迅速研磨至全部通过0.50mm孔径筛(如样品潮湿可通过1.00mm筛子),混合均匀,置于洁净、干燥瓶中,做成分分析。余下实验室样品备用。

## 6.5 结果判定

6.5.1 本标准中产品质量指标合格判定,采用GB/T 8170—2008中的“修约值比较法”。

6.5.2 出厂产品符合本标准要求时,判该批产品合格。

6.5.3 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、地址、产品名称、产品类别、批号或生产日期、产品净含量、各指标标明值和执行标准编号。

## 7 标识

7.1 产品为脲甲醛(UF/MU)时,应在包装袋上标明脲醛种类、总氮含量、缓释有效氮(以仅热水溶性氮计)含量、净含量,其余应符合GB 18382的规定;如产品为吨包装时,只需标明脲醛种类、总氮含量、缓释有效氮、净含量、生产企业名称、地址。产品为异丁叉二脲(IBDU)及丁烯叉二脲(CDU)时,应在包装袋上标明产品名称及所含脲醛种类、总氮含量、缓释有效氮(以冷水不溶性氮计),其余应符合GB 18382的规定;如产品为吨包装时,只需标明产品名称及所含脲醛种类、总氮含量、缓释有效氮(以冷水不溶性氮计)、净含量、生产企业名称、地址。

7.2 含有部分脲醛缓释肥,并在包装容器上产品名称中标有缓释字样,如脲醛缓释氮肥、脲醛缓释复混肥料、脲醛缓释掺混肥料等的产品,应在包装容器上标明含有相应脲醛缓释肥的种类及缓释有效氮(以

冷水不溶性氮 CWIN 表示),所含脲醛缓释肥的其他指标同 7.1。实行工业产品生产许可证管理的产品要同时标注生产许可证号和相应的标准号。其余应符合 GB 18382 的规定。

7.3 产品外包装袋上应有使用说明,内容包括:警示语(如“氮含量较高使用不当会对作物造成伤害”等)、使用方法、适宜作物及不适宜作物、建议使用量等。

7.4 每袋净含量应标明单一数值,如 50 kg。

## 8 包装、运输和贮存

8.1 产品包装材料应符合 GB 8569 的规定。每袋净含量分别为:(1 000±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 和(1±0.01)kg,平均每袋净含量不得低于 100.0 kg、50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、20.0 kg、10.0 kg、5.0 kg、1.0 kg。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。

8.2 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。

8.3 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。

中华人民共和国

化工行业标准

脲醛缓释肥料

HG/T 4137—2010

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$  字数18千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·0892

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。