

ICS 65.080
G 20
备案号:34619—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4216—2011

缓释/控释肥料养分释放期及释放率的快速检测方法

Fast methods to determine longevity and release rate
of slow/controlled release fertilizers

2011-12-20 发布

2012-07-01 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。

请注意本文件的某些内容有可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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新型肥料分技术委员会(SAC/TC105/SC5)归口。

本标准主要起草单位：国家化肥质量监督检验中心(上海)、施可丰化工股份有限公司、华南农业大学。

本标准主要起草人：刘刚、樊小林、解永军、郑丽行、许铤、郑祥洲、杨一、张洪福。

本标准为首次发布。

缓释/控释肥料养分释放期及释放率的快速检测方法

1 范围

本标准规定了缓释/控释肥料养分释放期及释放率的快速检测方法。

本标准适用于氮肥、钾肥、复混肥料、掺混肥料(BB肥)等产品的所有颗粒或部分颗粒经特定工艺加工而成的缓释/控释肥料养分释放期及释放率的快速检测。

本标准不适用于利用硝化抑制剂、脲酶抑制剂技术延缓养分形态转化的稳定性肥料,也不适用于无机包裹型复混肥料(复合肥料)、脲醛缓释肥料、含有有机态和螯合态养分的肥料。

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,仅所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 8170 数值修约规则与极限数值的表示判定

GB 21633 掺混肥料(BB肥)

GB/T 23348—2009 缓释肥料

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

缓释养分 slow release nutrient

缓释肥料中具有缓释效果的氮、钾中的一种或两种养分的统称。

注:缓释养分定量表述时不包含没有缓释效果的那部分养分量。如配合式为15-15-15的三元缓释复混肥料中有占肥料总质量10%的氮具有缓释效果,则称氮为缓释养分;定量表述时,则指10%的氮为缓释养分。

[GB/T 23348—2009,定义 3.2]

3.3

初期养分释放率 initial release rate of nutrient

在缓释肥料生产过程中总有一部分养分没有缓释效果而提前释放出来,这部分养分占该养分总量的质量分数,以该养分在25℃静水中浸提24h的释放量占该养分总量的质量分数表示。

注:三元或二元缓释肥料的初期养分释放率用总氮释放率来表征;若不含氮,其初期养分释放率用钾释放率来表征。

[GB/T 23348—2009,定义 3.3]

3.4

累积养分释放率 cumulate release rate of nutrient

某种缓释养分在一段时期内的累积释放量占该养分总量的质量分数,以该养分在25℃静水中某一时期内各连续时段养分释放量的总和占该养分总量的质量分数表示。如周释放率、月释放率为某种缓释养分的前7天、前28天的累积释放量占该养分总量的质量分数。

注 1:三元或二元缓释肥料的养分释放率用总氮释放率来表征;若不含氮,其养分释放率用钾释放率来表征。

注 2:改写 GB/T 23348—2009,定义 3.4。

3.5

平均释放率/微分释放率 average/differential release rate

某一时段内养分的每天的平均释放率,也可称为日平均释放率。

[GB/T 23348—2009,定义 3.5]

3.6

养分释放期 stated longevity or stated release time

肥效期 longevity of slow release fertilizer

缓释养分的释放时间,以缓释养分在 25℃ 静水中浸提开始至达到 80% 的养分累积释放率所需的时间表示。

注:改写 GB/T 23348—2009,定义 3.6。

3.7

部分缓释肥料 partly slow release fertilizer

将缓释肥料与常规肥料掺混在一起而使某种养分的一部分具有缓释效果的肥料。

[GB/T 23348—2009,定义 3.7]

3.8

缓释养分量 slow release nutrient content

指部分缓释肥料中缓释总养分所占肥料总质量的质量分数,以在 25℃ 静水中浸泡 24 h 后未释放出且在 28 天的累积释放率不超过 80% 的、但在标明的养分释放期时其累积释放率能达到 80% 的那部分养分的质量分数来表示。

[GB/T 23348—2009,定义 3.8]

4 方法提要

对于树脂包膜尿素(简称 PCU)、树脂包膜硫包衣尿素(简称 PSCU)等所有颗粒或部分颗粒经特定工艺加工而成的缓控释尿素产品采用折射率法测定养分释放量。本方法不适用于硫包衣尿素(SCU)。

对于缓释复混肥料(复合肥料)、缓释掺混肥料、缓释钾肥等产品采用电导率法测定养分释放量。

5 仪器

5.1 通常实验室用仪器。

5.2 折射率仪,精度为 0.00001。

5.3 电导率仪,量程为 0~100 mS/cm,带有温度补偿系统。

5.4 生化恒温培养箱,温度能控制在(25±1)℃、(40±1)℃。

5.5 电热鼓风干燥箱,温度能控制在(60±1)℃、(80±1)℃。

6 分析步骤

本标准中所用的试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时均按 HG/T 2843 规定执行。

做两份试料的平行测定。

6.1 标准曲线的绘制

准确称取一定质量的已粉碎试样,称样量为附录 A 或 B 中的 m_0 ,加水充分溶解后全部转入 500 mL 容量瓶中定容,滤液为待测母液。分别吸取上述母液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、30.00 mL、40.00 mL 置于 10 个 100 mL 容量瓶中,定容后摇匀,以此模拟养分释放率分别为 0%、2%、4%、6%、8%、10%、15%、20%、30%、40% 时的溶液。

对于缓释尿素产品,分别测定上述系列溶液的折射率。以折射率值为自变量,养分释放率为因变量,进行回归分析,得出折射率与养分释放率的相关曲线方程。或以折射率值为横坐标,养分释放率为纵坐标,绘制标准曲线。

对于缓释复混肥料(复合肥料)、缓释掺混肥料、缓释钾肥产品,分别测定上述系列溶液的电导率。以电导率值为自变量,养分释放率为因变量,进行回归分析,得出电导率与养分释放率的相关曲线方程。或以电导率值为横坐标,养分释放率为纵坐标,绘制标准曲线。

6.2 缓释养分的浸提

6.2.1 25℃下的浸提

称取未经粉碎的实验室样品 12.50 g 放入 150 μm (100 目)的指形尼龙网袋中(尼龙网袋规格是宽 2~3 cm,长 15~20 cm,封口处留封口绳,并系上标签),封口后(封口时将网袋封口绳上系的标签留在瓶外,然后盖紧盖子,下同),将其置入事先放在 25℃下装好 250 mL 水的塑料瓶或玻璃瓶中(肥水比为 1:20),置于 25℃的生化恒温培养箱中静置培养。取样时间为 24 h、3 d、5 d、7 d、10 d、13 d、16 d、19 d、22 d、25 d、28 d、35 d、42 d、49 d、56 d、63 d、70 d、77 d、84 d、91 d、98 d……,以后每 14 d 取样一次,每次每瓶取 3 个样,直至累积释放率达 80%以上(累积释放率达 80%以后再取样 2~4 次)。每次取样时将瓶上下颠倒 3 次,使瓶内的溶液浓度一致。然后将尼龙网袋取出,溶液摇匀后分取待测样品并保存,用于测定折射率值或电导率值。用水冲洗尼龙网袋 3 次,洗涤已释放出来、吸附在网袋和缓释肥料表面上的肥料,以免影响下一次培养液的浓度。洗涤后用纸巾将网袋及试剂表面的水分吸干,再置于事先放在 25℃下装有 250 mL 水的塑料瓶或玻璃瓶中,继续放入培养箱中培养至下一次取样。

6.2.2 40℃下的浸提

浸提温度设置为 40℃,取样时间为 24 h、2 d、3 d、4 d、5 d、6 d、7 d、8 d、9 d、10 d、12 d、14 d、16 d、19 d、22 d、25 d、28 d、35 d,以后取样时间间隔为 7 d,水温为 40℃,其余按 6.2.1 步骤操作。

6.2.3 60℃下的浸提

称取未经粉碎的实验室样品 12.50 g 放入 150 μm (100 目)的指形尼龙网袋中(尼龙网袋规格是宽 2~3 cm,长 15~20 cm,封口处留封口绳,并系上标签),封口后(封口时将网袋封口绳上系的标签留在瓶外,然后盖紧盖子,下同),将其置入预先放在 60℃下装好 250 mL 水的玻璃瓶中(肥水比为 1:20),置于 60℃的电热鼓风机干燥箱中静置培养。取样时间为 1 h、4 h、8 h、12 h、16 h、20 h、24 h、32 h、40 h、48 h、60 h,以后取样时间间隔为 12 h,直至累积释放率达 80%以上(累积释放率达 80%以后再取样 2~4 次)。水温为 60℃,其余同 6.2.1 步骤。

6.2.4 80℃下的浸提

浸提温度设置为 80℃,取样时间为 1 h、3 h、5 h、7 h、9 h、11 h、13 h、15 h、17 h、19 h、21 h、24 h、30 h、36 h、48 h,以后取样时间间隔为 12 h。水温为 80℃,其余按 6.2.3 步骤操作。

6.2.5 部分缓释肥料养分的浸提

准确称取充分混匀、未经制样的部分缓释肥料 150.00 g,加入 1000 mL 水,立刻搅拌,使水溶性肥料溶解。然后用 1.00 mm 试验筛过滤,过滤后,用水冲洗筛网上的物料 3 次,再用吸水纸吸干颗粒肥料表面的水。筛网上的颗粒肥料按 6.2.1 或 6.2.2 或 6.2.3 或 6.2.4 步骤提取缓释养分。

6.3 养分释放率的测定

测定待测液的折射率或电导率,用回归方程或标准曲线确定相应的养分释放率。

注:累计养分释放率是各待测液测得的对应养分释放率之和。

折射率和电导率平行测定结果的相对偏差应不大于 1%,不同实验室测定结果的相对偏差应不大于 5%。

6.4 养分释放期的模拟和预测

6.4.1 养分释放率回归方程

采用非线性回归方程(如 Richards 方程)分别拟合常温和高温条件下养分释放率与时间的关系,称

之为缓释养分释放率生长曲线。并对拟合方程进行拟合度检验,即分别计算回归方程的相关系数、养分释放率实测值与拟合值(依据回归方程计算的释放率)的标准偏差(SE)。Richards 方程一般表达式见式(1):

$$N = N_0 \{1 + d \exp[-k(t - t_i)]\}^{-1/d} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

N ——某一培养期缓释养分累积释放率;

N_0 ——最大累积释放率(肥效期的最大释放率);

d ——曲线形状参数;

k ——释放速率常数;

t ——释放时间,单位为日;

t_i ——曲线拐点处的时间, $t_i > 0$ 时,释放曲线为“S”形, $t_i \leq 0$ 时,释放曲线为抛物线形。

6.4.2 常温下标准释放率与高温下快速释放率的非线性回归方程(Richards 方程)计算

将常温培养条件(25℃)下,各个采样点(释放期)测得的养分累积释放率与相对应的培养时间(释放时间),采用可以进行非线性回归的统计分析软件(如 SPSS13.0 等统计软件),在非线性统计列表中输入可以描述缓释/控释养分释放率(N)与释放期(t)非线性关系的回归方程模型[见式(1)],并进行计算机模拟,即常温培养条件(25℃)下的缓释/控释养分释放率(N)与释放期(t)的回归方程及其显著性检验结果。方程中的两个未知参数,其一是缓释/控释养分释放率(N),即 t 培养期缓释养分累积释放率;其二是释放期 t ,即达到 N 释放率时的时间(天)。

将 40℃、60℃、80℃ 浸提条件下,各个采样点(释放期)测得的缓释/控释养分累积释放率与相对应的培养时间(释放时间),按附录 A 的方法,计算并获得该高温条件下的缓释/控释养分释放率(N)与释放期(t)的快速释放率回归方程及其显著性检验结果。方程中的两个未知参数,其一是缓释养分释放率(N),即 t 培养期缓释养分累积释放率;其二是释放期 t ,即缓释肥料的肥效期(天)。

6.4.3 用快速释放期预测标准释放期的方法

6.4.3.1 用标准释放率回归方程和快速释放率回归方程预测肥效期的回归方程

利用 6.4.2 标准释放率回归方程,分别把释放率(N)设定为 5%、10%、15%、20%、25%、30%、35%、40%、45%、50%、55%、60%、65%、70%、75% 和 80%,代入标准释放率回归方程即可得到相应的 t 值,为设定释放率时所需时间(d),记为 t_1 、 t_2 、 t_3 、 t_4 、 t_5 、 t_6 、 t_7 、 t_8 、 t_9 、 t_{10} 、 t_{11} 、 t_{12} 、 t_{13} 、 t_{14} 、 t_{15} 、 t_{16} 。

利用 6.4.2 快速释放率回归方程,分别把释放率(N)设定为 5%、10%、15%、20%、25%、30%、35%、40%、45%、50%、55%、60%、65%、70%、75% 和 80%,代入快速标准释放率 Richards 方程即可得到相应的 t 值,为设定释放率时的快速肥效期(d/h),记为 T_1 、 T_2 、 T_3 、 T_4 、 T_5 、 T_6 、 T_7 、 T_8 、 T_9 、 T_{10} 、 T_{11} 、 T_{12} 、 T_{13} 、 T_{14} 、 T_{15} 、 T_{16} 。

6.4.3.2 用快速释放期预测标准肥效期

分别将 6.4.3.1 中 40℃、60℃ 和 80℃ 下的 T_1 、 T_2 、 T_3 、 T_4 、 T_5 、 T_6 、 T_7 、 T_8 、 T_9 、 T_{10} 、 T_{11} 、 T_{12} 、 T_{13} 、 T_{14} 、 T_{15} 、 T_{16} 作因变量, t_1 、 t_2 、 t_3 、 t_4 、 t_5 、 t_6 、 t_7 、 t_8 、 t_9 、 t_{10} 、 t_{11} 、 t_{12} 、 t_{13} 、 t_{14} 、 t_{15} 、 t_{16} 作自变量,进行二次曲线回归,得 40℃、60℃ 和 80℃ 下的快速释放期预测标准释放期的回归方程见式(2)。

$$t = -aT^2 + a_1T + b \dots\dots\dots (2)$$

式中:

a 、 a_1 ——回归系数;

b ——回归常数。

实际应用中,首先针对具体每种缓释肥料,按上述方法分别建立标准释放率,根据缓释肥料的包膜材料或缓释性能确定适合该产品的快速释放培养温度(高温),并建立快速释放率回归方程;然后建立快速释放期预测标准释放期的回归方程[式(2)]。快速检测时,将在 80℃(或确定的其他高温快速检测温度)下测定的同类缓释肥料达到 80% 以上释放率的时间 T (h)代入快速释放期预测标准释放期的回归

方程〔式(2)〕,即可得到相应的标准释放期(d),即预测该缓释肥料的肥效期。

7 检验规则

7.1 检验类别及检验项目

在下列情况下,可进行养分释放期和释放率的快速测定:

- 正式生产时,原料、工艺发生变化;
- 正式生产过程,产品归类入库前。

7.2 组批

产品按批检验。间歇法工艺塔式流化床、间歇法工艺转鼓流化床制造的产品,以一次生产的量为一批。连续法工艺塔式或连续法转鼓流化床,以一个班次(通常为8h)的产量为一批。

7.3 采样方案

7.3.1 间歇法工艺的产品

每次生产结束,产品卸料后,进入包装机前在每批产品卸料传输的中间时段采集10个样点,每个样点收集不少于100g样品,每批采取总样品量不得少于1kg。

7.3.2 连续法工艺的产品

每次生产中,在成品产出半小时后,开始在包装机前的成品传输带上采集样品,每个班次采集4个样品,每次采样时间必须延长至10min,10min内至少采集10个样点,每个样点收集不少于100g样品,每次采样量不得少于1kg。

7.4 样品缩分和试样制备

7.4.1 样品缩分

按GB 21633中样品缩分的步骤处理所采取的样品,样品保存期限要至少超过养分释放期两个月。

7.4.2 试样的制备

由7.4.1条中所取一瓶500g缩分样品,经多次混合缩分后取出约100g,迅速研磨至全部通过1.00mm孔径筛,混合均匀,置于洁净、干燥瓶中,作配制系列标准溶液液用。余下实验室样品供养分释放率测定。

7.5 结果判定

按本标准得出的养分释放期/肥效期与标明的养分释放期/肥效期的允许差应符合相应产品标准中的规定。

附 录 A
(规范性附录)

尿素释放率的测定 折射率法

A.1 范围

本方法适用于缓释/控释尿素(如树脂包衣尿素、树脂包膜硫包衣尿素)产品。

A.2 方法提要

首先测定缓释/控释尿素产品中总的固体物含量,继而计算出样品中核芯尿素的质量和包膜材料的质量。根据在一定的温度下,溶液中尿素的百分比与溶液折射率成正比相关关系的特性,由溶液的折射率计算出溶液中尿素的含量。

A.3 设备

A.3.1 通常实验室用仪器。

A.3.2 温控折射率仪,显示精确到 0.00 001,温度精确到 0.01 ℃。

A.3.3 恒温干燥箱,温度可以控制在室温~90 ℃±1 ℃。

A.4 测定

A.4.1 包膜材料含量的测定

做两份试料的平行测定。

将 10 g(精确至 0.01 g)未经粉碎的样品置于研钵中,先用研钵将肥料研碎,然后加入约 20 mL 水小心用研钵研磨搅拌(切记不可将水溶液外溅),将研钵上部水溶液倒入事先称量滤纸的漏斗中,然后再用力研磨钵中的残留试料和包膜,磨后再向研钵加约 20 mL 水,再小心用研钵研磨搅拌,再将研钵上部水溶液倒入漏斗中过滤,如此反复 4~5 次,最后用纯水将研钵中的残留物无损转移到漏斗,再用纯水洗涤漏斗上的残留物,直至定容体积达 250 mL。将滤纸和不溶物放入 103 ℃~105 ℃的干燥箱加热 45 min,然后将其在干燥器中冷却至室温后称量,并记录滤纸和不溶物的质量。将滤纸和不溶物再放入烘箱烘干 30 min,称量,直至两次质量的相对差值小于 1%,即达质量恒定。

包膜材料的含量 X_1 ,以质量分数(%)表示,按式(A.1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \quad \text{..... (A.1)}$$

式中:

m_1 ——滤纸加不溶物质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——滤纸质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

在本标准 6.1 配制待测母液时,称样量 m_0 按式(A.2)计算:

$$m_0 = \frac{12.50}{100 - X_1} \times 100 \quad \text{..... (A.2)}$$

A.4.2 溶液中尿素含量的测定

A.4.2.1 尿素标准溶液的配制

准确称取尿素(缓释/控释尿素的核芯尿素)25.00 g,用高纯水溶解,定容至 500 mL 容量瓶中,此即缓释/控释尿素释放率为 100%(假设 1 份尿素全部溶于 20 份水中时的相对溶出率为 100%)的标准溶液。分别吸取上述标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、

20.00 mL、40.00 mL、60.00 mL、80.00 mL、100.00 mL，置于12个100 mL容量瓶中，用高纯水定容至刻度，制成尿素系列标准溶液，即为尿素释放率分别是0.2%、4%、6%、8%、10%、15%、20%、40%、60%、80%、100%的标准液，溶液中尿素的质量分别是0.0.10 g、0.20 g、0.30 g、0.40 g、0.50 g、0.75 g、1.00 g、2.00 g、3.00 g、4.00 g、5.00 g。

待测液为按本标准6.2得到的各时间点的浸提液。

A.4.2.2 测定待测液折射率

在 $(25 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 下，取待测液2~3滴，直接滴在折射仪的测量盘上，试液应足以淹没宝石棱镜。等待2 min~3 min，待溶液温度稳定在 $(25 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 时，测量并记录折射仪的折射率读数。

分别测定系列标准溶液的折射率，然后以折射率值为自变量 x ，溶液中尿素质量为因变量 y ，进行直线回归，得出折射率与尿素质量(g)的标准相关直线方程[式(A.3)]，用式(A.3)预测待测液中尿素质量。

$$y = ax + b \quad \text{..... (A.3)}$$

A.5 分析结果的表述

A.5.1 待测液中的尿素质量

收集每一采样时间缓释/控释尿素静水培养液，按照A4.2.2的方法测定待测液的折射率值(x)，代入式(A.3)，计算结果为待测液中尿素质量。

A.5.2 缓释/控释尿素的释放率

以折射率值为自变量 x ，以对应的缓释/控释尿素释放率为因变量 y ，进行直线回归，得出折射率与缓释/控释尿素释放率相关直线方程，利用此回归方程直接预测缓释/控释尿素在培养期的释放率。

附 录 B
(规范性附录)

缓释/控释复混肥料浓度的测定 电导率法

B.1 范围

本方法适用于不含尿素的树脂包膜缓释/控释复混肥料产品。

B.2 方法提要

首先测定包膜缓释/控释肥料产品中总的固体物含量,继而计算出样品中核芯复合肥的质量。根据在一定的温度下,溶液中复合肥释放的养分离子与溶液电导率成正相关关系的特性,由溶液的电导率值计算出溶液中缓释/控释复合肥释放的复合肥含量。

B.3 设备

B.3.1 通常实验室仪器。

B.3.2 温度补偿电导率仪,电导率量程为 0~199 mS/cm,显示精确到 0.01 mS/cm。

B.3.3 恒温干燥箱,温度可以控制在室温~90℃±1℃。

B.4 测定

B.4.1 包膜材料含量的测定

做两份试料的平行测定。

将 10 g(精确至 0.01 g)未经粉碎的缓释/控释肥料置于研钵中,先将肥料用研钵压碎(注意不要研磨,仅使之成碎块),然后无损地转移入 200 mL 高脚烧杯(1 号杯),加入约 50 mL 纯水,用玻璃棒充分搅拌,使包膜和核芯肥分离,使包膜漂浮(核芯肥可溶部分溶解于水,非水溶性部分沉淀),沉淀 3 min 后,将漂浮物完全转移到另一个 200 mL 高脚烧杯(2 号杯)。然后给 1 号杯再加 50 mL 纯水,用玻璃棒充分搅拌,使包膜充分漂浮,沉淀 1 min 后将漂浮物完全转移到 2 号杯。如此重复 3 次,直至 1 号杯中无包膜无漂浮。然后用玻璃棒充分搅拌 2 号杯,沉淀 3 min 后将漂浮物完全转移到预先称量滤纸的漏斗中,再给 2 号杯加 30 mL 纯水,充分搅拌,沉淀 3 min 后再将漂浮物完全转移到漏斗中,如此重复 3 次,确保将全部包膜材料洗涤到漏斗上,而将沉淀留到烧杯。将滤纸和包膜材料物放入 103℃~105℃ 的干燥箱加热 45 min,然后将其在干燥器中冷却至室温后称量,并记录滤纸和膜材的质量。将滤纸和膜材再放入烘箱烘干 30 min,称量,直至两次质量的相对差值小于 1%,即达质量恒定。

包膜材料的含量 X_1 ,以质量分数(%)表示,按式(B.1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \quad \text{..... (B.1)}$$

式中:

m_1 ——滤纸加不溶物质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——滤纸质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——测定时试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

在本标准 6.1 配制待测母液时,称样量 m_0 按式(B.2)计算:

$$m_0 = \frac{12.50}{100 - X_1} \times 100 \quad \text{..... (B.2)}$$

B.4.2 溶液中复合肥含量的测定

B.4.2.1 控释复合肥标准液的配制

准确称取复合肥(缓释/控释肥的核芯复合肥)25.00 g,用高纯水溶解,定容至 500 mL 容量瓶中,此

即缓释/控释复合肥料释放率为 100% (假设 1 份复合肥料全部溶于 20 份水中时的相对溶出率为 100%) 的标准溶液。分别吸取上述标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、40.00 mL、60.00 mL、80.00 mL、100.00 mL, 置于 12 个 100 mL 容量瓶中, 用高纯水定容至刻度, 制成复合肥料系列标准溶液, 即为复合肥料释放率分别是 0.2%、4%、6%、8%、10%、15%、20%、40%、60%、80%、100% 的标准液, 溶液中复合肥料的质量分别是 0、0.10 g、0.20 g、0.30 g、0.40 g、0.50 g、0.75 g、1.00 g、2.00 g、3.00 g、4.00 g、5.00 g。

待测液为按本标准 6.2 得到的各时间点的浸提液。

B.4.2.2 测定复合肥料液的电导率

用电导率仪直接测定待测液的电导率。将复合电极插入溶液, 待电导率读数稳定时, 再记录电导率读数。

分别测定系列标准溶液的电导率, 然后以电导率值为自变量 x , 溶液中核心复合肥料质量为因变量 y , 进行直线回归, 得出电导率与核心复合肥料质量的标准相关直线方程 [式 (B.3)], 并利用此回归方程预测待测液缓释/控释肥料释放的核心复合肥料质量。

$$y = ax + b \dots\dots\dots (B.3)$$

B.5 分析结果的表述

B.5.1 待测液样品中复合肥料的质量

收集每一个培养期的缓释/控释复合肥料静水培养液, 按照 B4.2.2 的方法测定待测液的电导率值 (x), 代入式 (B.3), 计算结果为待测液复合肥料的质量。

B.5.2 缓释/控释肥料的释放率

以电导率值为自变量 x , 对应的缓释/控释复合肥料释放率为因变量 y , 进行直线回归, 得出电导率与缓释/控释复合肥料释放率相关直线方程, 利用此回归方程直接预测缓释/控释肥料在培养期的释放率。

中华人民共和国

化工行业标准

缓释/控释肥料养分释放期及释放率的快速检测方法

HG/T 4216—2011

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)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数20千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1061

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。

定价:12.00元

版权所有 违者必究