

ICS 65.080
G 21
备案号:23345—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3997—2008

硫包衣尿素

Sulfur coated urea(SCU)

2008-02-01 发布

2008-07-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

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归口。

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

本标准主要起草人：刘刚、吕云峰、范宾、齐云峰、张求真、李金凯。

本标准为首次发布。

硫包衣尿素

1 范围

本标准规定了硫包衣尿素以及含有硫包衣尿素的缓控释肥料的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于使用硫磺为主要包裹材料对颗粒尿素进行包裹,实现对氮的缓慢释放的缓控释肥料。也适用于含有硫包衣尿素的缓控释肥料。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2441.2 尿素测定方法 缩二脲含量的测定 分光光度法

GB/T 2441.3 尿素测定方法 水分的测定 卡尔·费休法

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB 8569 固体化学肥料包装

GB/T 8572 复混肥料中总氮含量测定 蒸馏后滴定法

GB 9969.1 工业产品使用说明书 总则

GB/T 14540 复混肥料中铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定

GB 15063—2001 复混肥料(复合肥料)

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

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 术语及定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

缓控释肥料 slow/controlled release fertilizers

以各种调控机制使其养分最初释放延缓,延长植物对其有效养分吸收利用的有效期,使其养分按照设定的释放率和释放期缓慢或控制释放的肥料。

3.2

硫包衣尿素 sulfur coated urea(SCU)

使用硫磺为主要包裹材料对颗粒尿素进行包裹,实现对氮的缓慢释放的缓控释肥料。

3.3

初期养分释放率 initial release of a nutrient

硫包衣尿素在 38℃ 的静水中浸泡 24 h,氮养分的溶出量占总氮的百分率。

3.4

静态氮的溶出率 seven day dissolution rate(SDDR)

硫包衣尿素在 38℃ 的静水中浸泡 7 d,氮养分的溶出量占总氮的百分率。

4 要求

4.1 外观:黄色球状颗粒,无机械杂质。

4.2 硫包衣尿素产品应符合表1的要求,同时应符合包装标明值的要求。

表1 硫包衣尿素的要求

单位为百分数(%)

项 目	指 标		
	I型	II型	III型
总氮(N)的质量分数 \geq	37.0	34.0	31.0
初期养分释放率 \leq	25	15	10
静态氮溶出率(TVA, SDDR法) \leq	35	25	15
硫(S)的质量分数 \geq	10.0	15.0	20.0
缩二脲的质量分数 \leq	1.5		
水分(H ₂ O)的质量分数 \leq	1.0		
粒度(1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm) \geq	90		

4.3 肥料中掺有一定量硫包衣尿素的缓控释氮肥、缓控释复混肥料、缓控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 含有部分硫包衣尿素的缓控释肥料的要求

单位为百分数(%)

项 目	指 标
缓控释氮养分 ^a \geq	标明值
中量元素单一养分的质量分数(以单质计) ^b \geq	2.0
微量元素单一养分的质量分数(以单质计) ^c \geq	0.02
<p>a 肥料为单一氮养分时,其缓控释氮养分量应不小于8.0%,养分为两种或两种以上时,肥料中缓控释氮养分量应不小于4.0%。</p> <p>b 包装容器标明含有钙、镁、硫时检测该项指标。</p> <p>c 包装容器标明含有铜、铁、锰、锌、硼、钼时检测该项指标。</p>	

5 试验方法

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之规定。

5.1 外观

目视法测定。

5.2 总氮含量的测定

按GB/T 8572中的规定进行。

5.3 初期养分释放率、静态氮溶出率

5.3.1 原理

用水静置浸泡试料,在38℃±1℃恒温、在规定时间内,试料中的氮养分从包衣中溶出到水中,用蒸馏后滴定法测定溶出的氮含量,溶出的氮含量占总氮含量的百分数即为样品的初期养分释放率或静态氮溶出率。

5.3.2 试剂和材料

同GB/T 8572。

5.3.3 仪器

5.3.3.1 通常实验室用仪器。

5.3.3.2 GB/T 8572所列仪器。

5.3.3.3 恒温箱,温度可以控制在 $38\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.4 分析步骤

分别称取未粉碎的试样 20 g (精确至 0.01 g),放入 $100\text{ }\mu\text{m}$ 尼龙纱网做成的小袋中,封口后,将小袋放入置于 250 mL 具塞三角瓶中,准确加入 200 mL 水,加盖密封。轻轻摇动试剂瓶,使试料分散。将试剂瓶置于已预热到 $38\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱中,保持此温度分别静置 24 h 和 7 d 。取出试剂瓶,轻轻地将试剂瓶上下颠倒三次,使瓶内的溶液浓度一致,冷却,干过滤。

吸取 5.0 mL 干过滤后的滤液按 GB/T 8572 中的规定进行 24 h 及 7 d 总氮溶出量的测定。

5.3.5 分析结果的表述

5.3.5.1 24 h 总氮溶出量 w_1 以质量分数(%)表示,按 GB/T 8572 中的公式计算,计算公式中应计入试液的稀释倍数,即:

$$w_1 = \frac{c(V_2 - V_1) \times 0.01401}{m_1 \times 5/200} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——未粉碎的试料质量的数值,单位为克(g);

5——测定时吸取试样溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

200——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

其他符号的解释见 GB/T 8572。

5.3.5.2 初期养分释放率 x_1 以质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$x_1 = \frac{w_1}{w_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_1 —— 24 h 总氮溶出量的数值,单位为质量分数(%);

w_0 ——按 5.2 规定测得的总氮含量的数值,单位为质量分数(%)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.3.5.3 7 d 总氮溶出量 w_2 以质量分数(%)表示,按 5.3.5.1 中的公式计算。

5.3.5.4 静态氮溶出率 x_2 以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$x_2 = \frac{w_2}{w_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_2 —— 7 d 总氮溶出量的数值,单位为质量分数(%)。

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

总氮溶出量平行测定结果的绝对差值不大于 1.5% 。

总氮溶出量不同实验室测定结果的绝对差值不大于 2.0% 。

5.4 硫含量的测定

5.4.1 原理

根据硫的溶解特性,分别用水和硫饱和的丙酮溶出水溶物和丙酮溶物,再用二硫化碳溶出全部的硫,通过减量法计算出硫的含量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 丙酮。

5.4.2.2 硫磺:固态。

5.4.2.3 二硫化碳。

5.4.2.4 硫饱和的丙酮溶液:将一定量的硫磺加入丙酮中,不断搅拌,溶解后再加入适量硫磺并搅拌,直至丙酮中有硫磺析出。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 通常实验室用仪器。

5.4.3.2 玻璃坩埚式滤器:4号,容积30 mL。

5.4.3.3 干燥箱:温度可控制在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 硫含量测定

警告——二硫化碳有毒易燃,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。

称取一定量(内含硫为200 mg~300 mg)已制备的试样(称准至0.000 1 g)置于125 mL具塞三角烧瓶中,加入50 mL水,盖好塞子,激烈振荡30 s。将三角烧瓶中的内容物全部转移至预先在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的玻璃坩埚式滤器中,再用水洗涤5~6次。

用10 mL硫饱和的丙酮清液洗涤玻璃坩埚式滤器及其内容物,抽干,重复同样操作4次,然后在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱内干燥1 h,取出移入干燥器内,冷却至室温,称量。再用5 mL二硫化碳洗涤并抽干,重复洗涤、抽干操作3次,然后在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱内干燥1 h,取出移入干燥器内,冷却至室温,称量。两次质量差为硫的质量。

5.4.4.2 空白试验

用不含硫磺的其他惰性物质代替试样,必须与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤,进行空白试验。

5.4.5 分析结果的表述

硫(以S计)含量 w_3 ,以质量分数(%)表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_3 - m_4 - m_5}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_2 试料的质量的数值,单位为克(g);

m_3 测定时用硫饱和的丙酮清液洗涤后称得的试料质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——测定时用二硫化碳洗涤后称得的试料质量的数值,单位为克(g);

m_5 ——空白试验中硫的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

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 缩二脲含量的测定

5.5.1 分析步骤

在试液制备步骤中,根据硫包衣尿素中缩二脲的不同含量确定称样量后称取已粉碎的试样,然后在称好的试料中加少量水溶解,将试料溶液过滤至100 mL量瓶中(试液量不得大于50 mL),其余按GB/T 2441.2中的规定进行。

5.5.2 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.08%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.10%。

5.6 水分的测定

按GB/T 2441.3中的规定进行。

5.7 粒度的测定

按GB 15063—2001中的5.6规定进行。

5.8 含有部分硫包衣尿素的缓控释肥料中养分的测定

5.8.1 缓控释氮养分量的测定

5.8.1.1 原理

用水静置浸泡试料,在规定的温度和时间,试料中的速效氮养分溶出到水中,用蒸馏后滴定法测定溶出的氮含量,肥料中总氮含量减去溶出的氮含量即为样品中缓控释氮养分量。

5.8.1.2 试剂和材料

同 5.3.2。

5.8.1.3 仪器

5.8.1.3.1 通常实验室用仪器。

5.8.1.3.2 GB/T 8572 所列仪器。

5.8.1.3.3 恒温箱,温度可以控制在 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.8.1.4 分析步骤

5.8.1.4.1 含有部分硫包衣尿素的缓控释肥料中缓控释氮养分量的测定。

称取未粉碎的试样 30 g(精确至 0.01 g)置于 250 mL 量瓶中,准确加入 200 mL 水,将量瓶轻轻摇动使漂浮在水面上的试料完全浸入水中,加塞密封,置于 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱中,保持此温度静置 24 h,取出量瓶定容至刻度,摇匀后静置过滤,弃去最初滤液。吸取 5.0 mL 滤液按 GB/T 8572 中的规定进行氮养分初期释放量 w_1 的测定。

5.8.1.4.2 总氮含量的测定。

按 GB/T 8572 中的规定进行。

5.8.1.5 分析结果的表述

5.8.1.5.1 氮养分初期释放量 w_1 按 5.3.5.1 的式(1)计算。

5.8.1.5.2 含部分硫包衣尿素缓控释肥料的缓控释氮养分量 w_6 (%)以氮养分的质量百分数表示,按式(5)计算:

$$w_6 = w_5 - w_1 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

w_1 ——试料中氮养分的初期释放量的数值,单位为质量分数(%);

w_5 ——按 5.8.1.4.2 规定测得的试料中的总氮含量的数值,单位为质量分数(%).

5.8.1.6 允许差

氮养分的初期释放量 w_1 平行测定结果的绝对差值不大于 1.5 %;

氮养分的初期释放量 w_1 不同实验室测定结果的绝对差值不大于 2.0 %。

5.8.2 钙、镁、硫含量的测定

钙、镁的含量测定按 GB/T 19203 的规定进行,硫含量的测定按照 5.4 的规定进行。

5.8.3 铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定

按 GB/T 14540 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,静态氮溶出率(TVA, SDDR 法)为型式检验项目,其余为出厂检验项目。型式检验项目在下列情况下,应进行测定:

- 正式生产时,原料、工艺发生变化;
- 正式生产时,定期或累积到一定量后,每年至少进行一次检验;
- 国家各级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,出厂检验以一次加工处理的产品为一批,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;超过 512 袋时,按式(6)计算结果确定采样袋数,计算结果如遇小数,则进为整数。

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

式中:

n ——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三分之二处,取出不少于 100 g 样品,每批采取总样品量不得少于 2 kg。含有一定量硫包衣尿素的缓控释掺混肥料按掺混肥料国家标准规定采样。

6.3.2 散装产品

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约 1 000 g,再缩分成两份,分装于两个洁净、干燥的 1 000 mL 具有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、批号或生产日期、取样日期、取样人姓名,一瓶作产品质量分析,一瓶保存到六个月,以备查用。

6.4.2 试样制备

由 6.4.1 条中所取一瓶 500 g 缩分样品,经多次缩分后取出约 100 g,迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛,混合均匀,置于洁净、干燥瓶中,用作总氮、硫、缩二脲、水分、中量元素、微量元素含量的测定。余下实验室样品供初期养分释放率、静态氮溶出率及粒度测定用。

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 1250 中“修约值比较法”。

6.5.2 出厂检验中如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求,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,则整批产品为不合格。

6.5.3 型式检验项目中任何一项不符合要求,整批产品为不合格。

6.5.4 每批经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、净含量、各指标测定值以及本标准号。

7 标识

7.1 应在包装袋上标明总氮含量、硫含量、型号,其余应符合 GB 18382 的规定。但当产品包装为吨包装时,只需标明总氮含量、硫含量、型号、净含量、生产企业名称、地址。

7.2 产品使用说明书应印刷在包装袋反面或放在包装袋中,其内容包括:产品名称、养分含量、适用作物、施用量、使用方法、贮存、使用注意事项等,编写应符合 GB 9969.1 的规定。

7.3 产品的每种中量元素(钙、镁、硫)的含量 $\geq 2\%$ 、每种微量元素(铅、硼、锰、锌、铜、铁)含量 $\geq 0.02\%$ 时,可以在包装袋上标出其含量。

7.4 含有部分硫包衣尿素的肥料且在包装容器上肥料名称中标有缓控释字样或标称缓控释氮肥、缓控释复混肥料、缓控释掺混肥料的肥料,应标明含有相应的缓控释养分量,如果为许可证产品还应标注生产许可证号。所含控释养分的其余标识与 7.1、7.2 和 7.3 的要求相同。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品包装外袋为塑料编织袋或复合塑料编织袋内衬聚乙烯薄膜袋组成的双层袋包装,应符合 GB 8569 的规定。每袋净含量分别为 $1\ 000\text{ kg}\pm 10\text{ kg}$ 、 $50\text{ kg}\pm 0.5\text{ kg}$ 、 $40\text{ kg}\pm 0.4\text{ kg}$ 、 $25\text{ kg}\pm 0.25\text{ kg}$ 、 $10\text{ kg}\pm 0.1\text{ kg}$ 和 $5\text{ kg}\pm 0.05\text{ kg}$,每批产品平均每袋净含量不得低于 1000 kg 、 50.0 kg 、 40.0 kg 、 25.0 kg 、 10.0 kg 、 5.00 kg 。

8.2 运输中应轻装轻卸,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。运输过程中防潮、防晒、防破裂。

8.3 产品应贮存于阴凉干燥的场所,防止日晒,防潮。堆放高度应小于 5 m 。

中华人民共和国

化工行业标准

硫包衣尿素

HG/T 3997—2008

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8 字数16千字

2008年6月北京第1版第1次印刷

书号：155025·0589

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。