

ICS 65.080
G 21
备案号：56414—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5049—2016

含海藻酸尿素

Urea containing alginic acid

2016-10-22 发布

2017-04-01 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—2009 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新型肥料分技术委员会（SAC/TC105/SC5）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、中海石油化学股份有限公司、四川美丰化工股份有限公司、瑞星集团股份有限公司、青岛海力源生物科技有限公司、秦皇岛五弦维爱科技开发有限公司。

本标准主要起草人：赵秉强、段路路、袁亮、孟广银、陶家明、姚焜、沈兵、李伟、张守福、田耀雄、赵曙光、季敏。

含海藻酸尿素

1 范围

本标准规定了含海藻酸尿素的术语和定义，要求，试验方法，检验规则，标识以及包装、运输和贮存。

本标准适用于将以海藻为主要原料制备的海藻酸增效液添加到尿素生产过程中，通过尿素造粒工艺技术制成的含海藻酸尿素。

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 2441.2 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 18382 肥料标识、内容和要求

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

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

海藻酸 **alginate**

由单糖醛酸线性聚合而成的多糖，单体为 β -(1,4)-D-甘露糖醛酸和 α -(1,4)-L-古洛糖醛酸，通过1,4糖苷键相连成为嵌段共聚物。

3.2

含海藻酸尿素 **urea containing alginate**

将以海藻为主要原料制备的海藻酸增效液添加到尿素生产过程中，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。

HG/T 5049—2016

3.3

氨挥发抑制率 ammonia volatilization inhibition rate

表征含海藻酸尿素减少氨挥发损失的功能性指标。在脲酶（尿素酶）和氧化镁的作用下尿素分解，释放出的氨被硼酸溶液吸收，含海藻酸尿素与尿素消耗硫酸标准滴定溶液体积的差值与后者的比值，以百分数表示。

4 要求

4.1 外观要求

颗粒状，无机械杂质。

4.2 技术指标

含海藻酸尿素的要求应符合表 1 的规定。

表 1 含海藻酸尿素的要求

项 目		要 求	
总氮(N)的质量分数/%	≥	45.0	
海藻酸的质量分数/%	≥	0.03	
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 /%	<i>d</i> 0.85 mm~2.80 mm	≥	90
	<i>d</i> 1.18 mm~3.35 mm	≥	
	<i>d</i> 2.00 mm~4.75 mm	≥	
	<i>d</i> 4.00 mm~8.00 mm	≥	
^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，可不测亚甲基二脲含量。 ^c 只需符合 4 档中的任一档即可，包装标识中应标明粒径范围。			

5 试验方法

本标准中所使用的水，在未说明规格时，其 pH 值范围和电导率应符合 GB/T 6682 中的三级水规格；本标准中所用的试剂，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂；本标准中所用的标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液，在未说明配制方法时，均按 HG/T 2843 配制。

5.1 外观

目视法测定。

5.2 总氮含量

按 GB/T 2441.1 的规定执行。

5.3 海藻酸含量

5.3.1 原理

产品中的海藻酸在强酸条件下水解为糖醛酸，糖醛酸可与咪唑形成稳定的紫红色化合物，在 520 nm 波长下用分光光度计测定其吸光度，计算出产品中的海藻酸含量。

5.3.2 试剂和溶液

5.3.2.1 硫酸。

5.3.2.2 无水乙醇。

5.3.2.3 尿素。

5.3.2.4 海藻酸钠 $[(C_6H_7NaO_6)_n]$ 储备液：10 mg/mL。

称取 10.00 g 海藻酸钠，用水溶解后，定容至 1 L。

5.3.2.5 海藻酸钠标准溶液：1 mg/mL。

吸取 10.00 mL 海藻酸钠储备液于 100 mL 容量瓶中，用水定容。

5.3.2.6 咪唑乙醇溶液：2 g/L。

称取 0.20 g 咪唑，用无水乙醇溶解并定容至 100 mL。

5.3.3 仪器

分光光度计：带光程为 1 cm 的吸收池，可在 520 nm 波长处测量。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 海藻酸标准曲线的绘制

分别移取海藻酸钠标准溶液 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL、1.20 mL 至 50 mL 比色管中，分别加入 3.00 mL、2.80 mL、2.60 mL、2.40 mL、2.20 mL、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 10.00 mL 硫酸，开始约每秒 1 滴，待加入一半酸后增加至约每秒 2 滴，加完后放入沸水浴中，加热 20 min。取出，冷却至 80 ℃，加入 0.30 mL 咪唑乙醇溶液，摇匀，室温下放置 45 min。在 520 nm 波长下用 1 cm 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。

5.3.4.2 海藻酸含量的测定

称取 15 g~20 g (准确至 0.000 2 g) 试样于烧杯中，加入 25 mL 水溶解，转移至 50 mL 容量瓶中，定容，摇匀。准确移取 3.00 mL 试样溶液至 50 mL 比色管中，以下与标准曲线绘制的操作步骤相同。同时，以尿素为对照。

5.3.5 分析结果的表述

5.3.5.1 海藻酸含量

从标准曲线查出所测吸光度对应的海藻酸钠的质量或由回归方程求出海藻酸钠的质量。

试料或对照尿素中海藻酸含量 X ，以质量分数计，数值以 % 表示，按公式 (1) 计算：

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

(17)

HG/T 5049—2016

式中：

m_1 ——从标准曲线查得的海藻酸钠的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试料或对照尿素的质量的数值，单位为克（g）。

V_2 ——试样溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——移取试样溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

10^{-3} ——毫克转换为克的系数；

0.883 9——海藻酸钠换算为海藻酸的系数。

5.3.5.2 产品中的海藻酸含量

产品中的海藻酸含量 H ，以质量分数计，数值以%表示，按公式（2）计算：

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

式中：

X_1 ——试料测得的海藻酸含量，以%表示；

X_2 ——对照尿素测得的海藻酸含量，以%表示。

计算结果表示到小数点后3位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.3.5.3 允许差

平行测定结果的相对偏差应不大于10%。

5.4 氨挥发抑制率

5.4.1 原理

含海藻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海藻酸尿素中的酰胺态氮水解产生的铵态氮转化为氨释放出来，用硼酸溶液吸收释放出的氨，再用一定浓度的硫酸标准滴定溶液滴定释放出的氨，以尿素为对照，根据消耗的硫酸标准滴定溶液的体积计算出氨挥发抑制率。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 氧化镁。

5.4.2.2 尿素。

5.4.2.3 硫酸标准滴定溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.4 尿素酶溶液。

称取0.100 g 尿素酶（活力约1 U/mg），加入0.5 mL水，用研钵研磨至糊状，全部转移至250 mL容量瓶中，摇匀，贮存于4℃冰箱中，备用。

5.4.2.5 硼酸溶液：2%。

5.4.2.6 碱性胶液。

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

5.4.2.7 混合指示剂。

溶解0.099 g溴甲酚绿和0.066 g甲基红于100 mL乙醇（95%）中。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 通常实验室仪器。

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 1.000 g 试料于康维皿外室，加入 10 mL 水，小心水平晃动，使其溶解均匀。称取 0.10 g 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 2 mL 硼酸溶液于内室，加入 3 滴混合指示剂，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 5 mL 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℃±2℃ 恒温箱中，培养 90 min。

5.4.4.2 滴定

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氨。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_3 。以尿素为对照，消耗的硫酸标准滴定溶液的体积为 V_4 。

5.4.5 分析结果的表述**5.4.5.1 氨挥发抑制率**

氨挥发抑制率 f ，数值以 % 表示，按公式 (3) 计算：

$$f = \frac{V_4 - V_3}{V_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V_4 ——尿素消耗的硫酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_3 ——含海藻酸尿素消耗的硫酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

计算结果表示到小数点后 1 位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.4.5.2 允许差

平行测定结果的相对偏差不超过 30 %。

5.5 缩二脲含量

按 GB/T 2441.2 的规定执行。

5.6 水分

按 GB/T 2441.3 的规定执行。

5.7 亚甲基二脲含量

按 GB/T 2441.9 的规定执行。

5.8 粒度

按 GB/T 2441.7 的规定执行。

HG/T 5049—2016

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。总氮含量、海藻酸含量、缩二脲含量、水分、粒度为出厂检验项目。型式检验包括第4章中的全部项目。

型式检验项目在下列情况时，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，应周期性进行一次型式检验；
- 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1班或1天的产量为一批，最大批量为1500 t。

6.3 采样方案

6.3.1 袋装产品

不超过512袋时，按表2确定最少采样袋数；大于512袋时，按公式(4)计算结果确定最少采样袋数，如遇小数则进位为整数。

表2 最少采样袋数的确定

总的包装袋数	选取的最少采样袋数	总的包装袋数	选取的最少采样袋数
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		

$$n = 3 \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

n ——最少采样袋数；

N ——每批产品的总袋数。

按表2或公式(4)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的3/4处采取不少于100 g样品，每批采取样品量不得少于2 kg。

6.3.2 散装产品

按GB/T 6679的规定进行采样。

6.4 样品缩分

将采取的样品迅速用缩分器或四分法缩分至600 g~1200 g，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。一瓶做产品质量分析；另一瓶保存 2 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，应重新自 2 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、批号或生产日期、产品净含量、总氮含量、海藻酸含量、氨挥发抑制率、缩二脲含量、本标准编号和法律法规规定应标注的内容。

7 标识

产品包装袋上应标明总氮含量、海藻酸含量、氨挥发抑制率、本标准编号和 GB 2440，其余执行 GB 18382 和 GB 2440 中标识的规定。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品用符合 GB 8569 规定的材料进行包装，包装规格为 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、10.0 kg，每袋净含量允许范围为 $50\text{ kg} \pm 0.5\text{ kg}$ 、 $40\text{ kg} \pm 0.4\text{ kg}$ 、 $25\text{ kg} \pm 0.25\text{ kg}$ 、 $10\text{ kg} \pm 0.1\text{ kg}$ ，每批产品平均每袋净含量不得低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、10.0 kg。也可采用供需双方合同给定的包装规格。

8.2 在标明的每袋净含量范围内的产品中有添加物时，应与原物料混合均匀，不得以小包装形式放入包装袋中。

8.3 产品的运输和装卸工具应干净、平整、无突出的尖锐物，以免刺穿、刮破包装件。

8.4 产品应贮存于场地平整、阴凉、通风、干燥的仓库内，包装件应堆放整齐，堆置高度应小于 7 m。在运输和贮存过程中应防潮、防晒、防破裂。