

前 言

本标准中第 4 章、第 7 章、第 8 章中 8.2 条为强制性条款,其余为推荐性条款。

本标准是对 GB 3559—1992《农业用碳酸氢铵》的修订。

本标准与前版的主要差异是:

- 1 溶液的配制和标定引用 HG/T 2843—1997 标准,不再引用 GB/T 601 系列标准;
- 2 对检验规则中取样方法作了修改。

本标准附录 A 是标准的附录。

本标准自实施之日起代替 GB 3559—1992。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口并负责解释。

本标准起草单位为国家化肥质检中心(上海)。

本标准主要起草人:杨继群、沙燕萍、张求真。

本标准 1983 年首次发布。

中华人民共和国国家标准

GB 3559—2001

农业用碳酸氢铵

代替 GB 3559—1992

Ammonium bicarbonate for agricultural use

1 范围

本标准规定了农业用碳酸氢铵的要求,试验方法,检验规则,标识,包装、运输和贮存。

本标准适用于由氨水吸收二氧化碳所制得的碳酸氢铵。

分子式: NH_4HCO_3 。

相对分子质量: 79.06(根据 1997 年国际相对原子质量表)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判断方法

GB 8569—1997 固体化学肥料包装

GB 18382—2001 肥料标识 内容和要求(neq ISO 7409:1984)

HG/T 2843—1997 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 产品分类

农业用碳酸氢铵分为湿碳酸氢铵和干碳酸氢铵二类。

4 要求

4.1 外观:白色或浅色结晶。

4.2 农业用碳酸氢铵的技术指标应符合表 1 要求:

表 1 农业用碳酸氢铵的技术指标

%

项 目	碳酸氢铵			干碳酸氢铵
	优等品	一等品	合格品	
氮(N) \geq	17.2	17.1	16.8	17.5
水分(H ₂ O) \leq	3.0	3.5	5.0	0.5

注:优等品和一等品必须含添加剂。

5 试验方法

本试验方法所用试剂、溶液和水除特殊注明外,均应符合 HG/T 2843 要求。

5.1 氮含量的测定 酸量法

5.1.1 方法提要

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2001-07-26 批准

2002-01-01 实施

碳酸氢铵与过量硫酸溶液作用,在指示液存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定剩余硫酸。

5.1.2 试剂和溶液

5.1.2.1 硫酸溶液, $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}$;

5.1.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液, $c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$;

5.1.2.3 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

5.1.3 仪器

实验室常用仪器。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 测定:在已知质量的干燥的带盖称量瓶中,迅速称取约 2 g 试样(精确至 0.001 g),然后立即用水将试料洗入已盛有 40.0 mL 或 50.0 mL 硫酸溶液的 250 mL 锥形瓶中,摇动瓶中溶液使试料完全溶解,加热煮沸 3~5 min,冷却后,加 2~3 滴混合指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴至溶液呈现灰绿色即为终点。

5.1.4.2 空白试验:除不加试料外,按 5.1.4.1 步骤进行空白试验。

5.1.5 分析结果的表述

试料中氮(N)含量 X_1 以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2)c \times 0.01401}{m} \times 100$$

$$= \frac{(V_1 - V_2)c \times 1.401}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——空白试验时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——测定试料时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

m ——试料质量, g;

0.01401——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000\text{ mol/L}$] 相当的,以克表示的氮的质量。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;所得结果表示至二位小数。

5.1.6 允许差

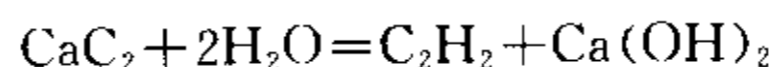
平行测定结果的绝对差值不大于 0.10%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.15%。

5.2 水分测定

5.2.1 方法提要

碳酸氢铵中的游离水与电石反应,生成乙炔气。测量生成的乙炔气体积,计算出试料中水分。



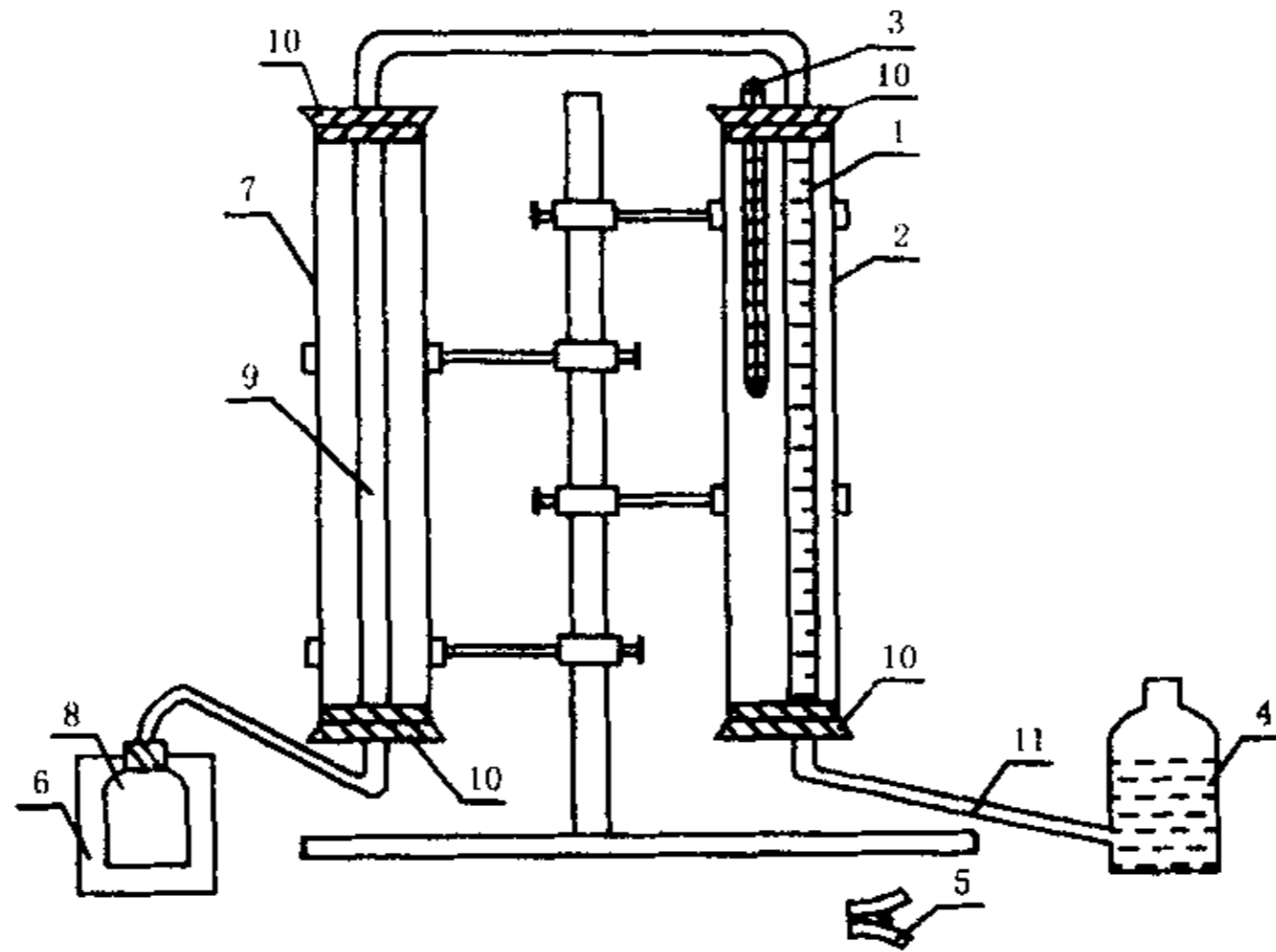
5.2.2 试剂和溶液

5.2.2.1 电石:全部通过筛孔为 250 μm 的标准筛。若有结块现象,不得继续使用;

5.2.2.2 封闭液:用乙炔饱和的氯化钠饱和溶液。

5.2.3 仪器

实验室常用仪器及测量装置如图 1:



1 量气管; 2, 7 水套管; 3 温度计; 4 水准瓶; 5 弹簧夹; 6 水浴;
8 乙炔气体发生器; 9 玻璃管; 10 橡皮塞; 11 橡皮管。

图1 碳酸氢铵水分测定装置

- 5.2.3.1 量气管(1):容量 50 mL,分度值 0.1 mL(干碳酸氢铵可用 10 mL 量气管)。
 5.2.3.2 水套管(2,7):约 d 50 mm, h 500 mm,内充水。
 5.2.3.3 温度计(3):50℃酒精温度计。
 5.2.3.4 水准瓶(4):容量 250 mL 的下口瓶,内充封闭液。
 5.2.3.5 弹簧夹(5)。
 5.2.3.6 水浴(6):500 mL 烧杯,内装水的温度须与室温相同。
 5.2.3.7 乙炔气体发生器(8):125 mL 广口试剂瓶。
 5.2.3.8 玻璃管(9):容积约 50 mL 的直形玻璃管。

将上述部件按图 1 用橡皮管(11)和橡皮塞(10)连接,并保证不漏气。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 测量装置的密封性试验:每次测定前均需按以下方法对测定装置进行密封性试验。

打开乙炔气体发生器(8)的瓶塞,升高水准瓶(4),使量气管(1)充满封闭液,同时塞紧乙炔气体发生器瓶塞,将水准瓶液面与量气管液面对齐,读取量气管内封闭液液面读数。将水准瓶放在台面上,再次升高水准瓶,如前读取量气管液面读数。反复两次,读数如无变化,说明不漏气。

5.2.4.2 测定:检查装置不漏气后,打开乙炔气体发生器的瓶塞,升高水准瓶,使量气管充满封闭液,以弹簧夹(5)夹住水准瓶上橡皮管。在已知质量的 d 25 mm, h 25 mm 干燥的称量瓶中,迅速称取含水量小于 60 mg 的试样约 1~3 g(精确至 0.001 g)。取下称量瓶盖,将称量瓶连同称好的试料放入已预先放有约 5 g 电石粉的乙炔气体发生器中,将乙炔气体发生器上的橡皮塞塞紧,如图 1 所示。打开弹簧夹,并使水准瓶液面与量气管液面对齐,读取量气管中封闭液液面所示读数为初读数 V_1 。然后摇动乙炔气体发生器(注意:在量气管内封闭液液面下降的同时,同步向下移动水准瓶,使水准瓶内液面始终与量气管内液面保持同一水平),直至试料与电石粉充分混合并无结块现象为止。将乙炔气体发生器放在水浴杯(6)中放置 1~2 min,如读取 V_1 一样,读取量气管中封闭液液面所示读数为末读数 V_2 。(从读取 V_1 开始,到读好 V_2 为止,应始终使水准瓶中封闭液液面与量气管封闭液液面保持同一水平)。记录量气管水夹套管中温度计所示温度值为测定温度 t ,同时记录测定环境的大气压力 p 。

5.2.5 分析结果的表述

试料中水分(H_2O)含量 X_2 以质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$X_2 = (V_2 - V_1) \times \frac{p - p_1}{101.3} \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{0.00162}{m} \times 100$$

$$= \frac{(V_2 - V_1) \times (p - p_1)}{m \times (273 + t)} \times 0.437 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： V_1 ——量气管初读数，mL；

V_2 ——量气管末读数，mL；

p ——测定环境大气压力，kPa；

p_1 ——测定温度下封闭液的饱和蒸汽压力(见表 2)，kPa；

t ——测定温度，℃；

m ——试料质量，g；

0.001 62——在标准状况下，与 1.0 mL 乙炔(C_2H_2)相当的，以克表示的水(H_2O)的质量。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，所得结果表示至二位小数。

表 2 不同温度下封闭液的饱和蒸汽压力

温度(t),℃	蒸汽压力(p_1),kPa	温度(t),℃	蒸汽压力(p_1),kPa	温度(t),℃	蒸汽压力(p_1),kPa
0	0.453	14	1.210	27	2.693
1	0.480	15	1.290	28	2.853
2	0.520	16	1.373	29	3.026
3	0.560	17	1.466	30	3.200
4	0.600	18	1.560	31	3.370
5	0.653	19	1.653	32	3.560
6	0.707	20	1.760	33	3.760
7	0.760	21	1.880	34	3.973
8	0.813	22	2.000	35	4.200
9	0.867	23	2.120	36	4.453
10	0.920	24	2.253	37	4.706
11	0.987	25	2.386	38	4.973
12	1.050	26	2.533	39	5.253
13	1.130				

5.2.6 允许差

当水分小于 0.5% 时，平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%；水分大于 0.5% 时，平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

6 检验规则

6.1 产品应由生产企业的质量监督检验部门按照本标准规定对产品质量进行检验，并保证所有出厂的产品质量均符合本标准规定的要求。

6.2 本标准中质量合格与否判断采用 GB/T 1250—1989 中“修约值比较法”。

6.3 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书，内容包括生产企业名称、产品名称、产品类别、批号或生产日期、产品质量等级、产品净含量和本标准号。

6.4 用户有权按本标准的规定对所收到的产品进行检验。

6.5 根据需要，可按附录 A(标准的附录)对产品中是否含添加剂进行定性检验。

6.6 产品按批检验，以一班或一天的产量为一批，用户把附有质量证明书的产品或所收到产品作为

一批。

6.7 采样方法

袋装产品,总的包装袋数不超过 512 时,按表 3 确定取样袋数;超过 512 时,按式(3)计算结果确定采样袋数,如遇小数,则进为整数。

$$\text{采样袋数} = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots(3)$$

表 3 采样袋数的规定

总的包装袋数	选取的最小取样袋数	总的包装袋数	选取的最小取样袋数
1~10	全部单元	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(3)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四分之三处,取出不少于 100 g 样品,每批采取总样品量不得少于 2 kg。

6.8 将采取的样品置于塑料薄膜袋中,扎紧袋口。仔细混匀后,用四分法缩分到 500 g,分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的广口瓶或具密闭性能的其他容器中密封,容器上粘贴标签,注明:生产企业名称、产品名称、批号、采样日期和采样人姓名。一瓶作产品质量分析,一瓶保存一个月,保留样应置于使样品无显著分解的环境中,以备查用。

6.9 如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时,则应按上述方法从总体物料中选取两倍数量的包装袋中取样后复验。复验结果只要有一项指标不符合本标准要求,则整批产品不能验收。

6.10 当供需双方对产品质量发生异议时,按《产品质量仲裁检验和质量鉴定管理方法》规定进行。

7 标识

可不标明类别,其余按 GB 18382 规定执行。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品包装应按 GB 8569 规定执行。

8.2 产品每袋净含量(25±0.25)kg、(40±0.4)kg、(50±0.5)kg。每批产品平均每袋净含量不低于 25.0 kg、40.0 kg、50.0 kg。

8.3 产品在搬运过程中注意轻搬轻放,防止包装袋破裂。

8.4 产品在运输与贮存中应注意防潮、防晒、防雨并贮于低温处。

附录 A

(标准的附录)

碳酸氢铵成品中添加剂的定性检定

A1 方法原理

添加剂的定性检定是以检定产品中活性物质的有无来表示结果。

检定在水相(碳酸氢铵水溶液)和有机相(二氯乙烷)中进行。四丁基溴化铵优先与添加剂活性物结合,存在于水相,则有机相无色。无添加剂时,四丁基溴化铵与溴酚蓝结合进入有机相,使其呈蓝色。

A2 试剂和溶液

A2.1 二氯乙烷;

A2.2 氨水;

A2.3 氯化钠饱和溶液;

A2.4 四丁基溴化铵溶液(0.5 g/L):称取 0.50 g 四丁基溴化铵,溶于水后,稀释至 1 000 mL 量瓶中;

A2.5 溴酚蓝指示液(2 g/L):称取 0.20 g 溴酚蓝,加 5.0 mL 2 g/L 氢氧化钠溶液溶解后,用水稀释至 100 mL。

A3 分析步骤

准确称取 10.0 g 试样于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,适当加热待试样溶解后,转移到 100 mL 带塞比色管中,加氨水 5 mL,二氯乙烷 10 mL,氯化钠饱和溶液 5 mL,溴酚蓝指示液 8 滴,四丁基溴化铵溶液两滴(相当于 0.08 mL),盖好塞子,剧烈摇动管内溶液,稍静置,待溶液分层后,观察有机相(即下层二氯乙烷相)颜色。

A4 判断

有机相无色为含有添加剂;蓝色为不含添加剂。