ICS 65.080
G 21
备案号:16334—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3790—2005

硝酸铵钙

Calcium ammonium nitrate

2005-07-10 发布　　2006-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

中国磷交所www.zhonglinex.com

前　言

硝酸铵钙是硝酸铵的改性产品，是在硝酸铵中添加了含有钙、镁元素的无机土壤调理剂后制成。为了统一该产品质量指标，便于生产管理和质量监督，特制订本行业标准。

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）、云南解化集团有限公司。

本标准主要起草人：章明洪、刘志云、张小沁、孙蔓莉。

本标准为首次发布。

中国磷交所www.zhonglinex.com

硝酸铵钙

1 范围

本标准规定了硝酸铵钙的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于以硝酸铵添加含有钙、镁元素的无机土壤调理剂后经造粒生产的硝酸铵钙产品。

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 2441.1 尿素测定方法 总氮含量的测定

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网状试验筛(eqv ISO 3310-1：1990)

GB/T 6679 固定化工产品采样通则(neq ISO/DIS 8213)

GB 8569 固定化学肥料包装

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

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《产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法》

3 术语及定义

3.1

硝酸铵钙 calcium ammonium nitrate

硝酸铵钙是硝酸铵的改性产品，是以硝酸铵添加含有钙、镁元素的无机土壤调理剂后经造粒制成的化学肥料。

3.2

无机土壤调理剂 inorganic soil conditioner

不含有机物，也不标明氮、磷、钾或微量元素含量的调理剂。

4 要求

4.1 外观：有色粒状产品，无机械杂质。

4.2 硝酸铵钙产品应符合表1的要求，同时应符合包装标明值的要求。

表1 要求

项目		指标
总氮(N)的质量分数，%	≥	26.0
钙(Ca)的质量分数，%	≥	3.0
镁(Mg)的质量分数，%	≥	2.0
游离水(H_2O)的质量分数，%	≤	1.0
粒度(1.00 mm～4.75 mm)，%	≥	90

中国磷交所www.zhonglinex.com

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

5.2.1 原理

在碱性介质中用定氮合金将其中的硝态氮还原成铵态氮，直接蒸馏出氨，将氨吸收在过量硫酸溶液中，在甲基红-亚甲基蓝混合指示液存在下，用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

5.2.2 试剂

5.2.2.1 定氮合金(Cu:50%、Al:45%、Zn:5%)：细度不大于 0.85 mm。

5.2.2.2 硝酸铵：使用时于 100 ℃下干燥至恒重。

5.2.2.3 氢氧化钠溶液：400 g/L。

5.2.2.4 硫酸溶液：$c(1/2H_2SO_4)=0.5$ mol/L 或 $c(1/2H_2SO_4)=1$ mol/L。

5.2.2.5 氢氧化钠标准滴定溶液：$c(NaOH)=0.5$ mol/L。

5.2.2.6 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

5.2.2.7 广泛 pH 试纸。

5.2.2.8 硅脂。

5.2.3 仪器

5.2.3.1 通常实验室用仪器。

5.2.3.2 蒸馏仪器：按 GB/T 2441.1 配备或其他具有相同蒸馏能力的定氮蒸馏仪。

5.2.3.3 蒸馏加强装置：1 000 W～1 500 W 电炉，置于升降台架上，可自由调节高度。也可使用调温电炉或能够调节供热强度的其他形式热源。

5.2.3.4 防暴沸颗粒或防暴沸装置：后者由一根长约 100 mm，直径约 5 mm 玻璃棒连接在一根长约 25 mm 的聚乙烯管上。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 **试样溶液的制备**

称取 3.5 g～4 g 试样(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 烧杯中，加适量水搅拌溶解后，转移至 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀后干过滤，弃去最初部分滤液，即得试样溶液 A。

5.2.4.2 **蒸馏**

吸取 25.0 mL 试样溶液 A 于蒸馏烧瓶中，加入 300 mL 水，加入定氮合金约 3 g 和防暴沸物，将蒸馏烧瓶连接于蒸馏装置上。接受器中准确加入 40.0 mL 硫酸溶液[$c(1/2H_2SO_4)=0.5$ mol/L]或 20.0 mL 硫酸溶液[$c(1/2H_2SO_4)=1$ mol/L]、4～5 滴混合指示液，并加适量水以保证封闭气体出口，将接受器连接在蒸馏装置上。蒸馏装置的磨口连接处应涂硅脂密封。

通过蒸馏装置的分液漏斗加入 20 mL 氢氧化钠溶液，在溶液将流尽时加入 20 mL～30 mL 水冲洗漏斗，剩 3 mL～5 mL 水时关闭活塞。静置 10min 后，开通冷却水，同时开启加热装置，沸腾时根据泡沫产生程度调节供热强度，避免泡沫溢出或液滴带出。蒸馏出至少 150 mL 馏出液后，用 pH 试纸检查冷凝管出口的液滴，如无碱性结束蒸馏。

5.2.4.3 **滴定**

用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定过量硫酸至混合指示液呈现灰绿色为终点。

5.2.4.4 **空白试验**

除不加试样外，与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤进行平行测定。

5.2.4.5 **核对试验**

中国磷交所www.zhonglinex.com

定期使用新制备的含 100 mg 氮的硝酸铵，按测定试料的相同条件进行。

5.2.5 分析结果的表述

5.2.5.1 分析结果的计算

总氮含量以氮(N)的质量分数 W_1 计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$W_1=\frac{c_1(V_{01}-V_1)\times 14.01}{1000\times m_1\times 25/250}\times 100$$

$$=\frac{c_1(V_{01}-V_1)\times 14.01}{m_1} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

c_1——测定及空白试验时，氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_{01}——空白试验时，氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_1——测定时，氢氧化钠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)。

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。

5.2.5.2 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%。

5.3 钙、镁含量的测定

5.3.1 原理

用三乙醇胺、盐酸羟胺和淀粉溶液消除干扰离子的影响，在 pH 12～13 的条件下，镁以氢氧化镁形式沉淀，以钙黄绿素为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙；在 pH10 的条件下，加入 K-B 指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙镁总量。从钙镁总量中扣除钙的量即为镁的量。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 盐酸羟胺。

5.3.2.2 盐酸溶液：1+1。

5.3.2.3 三乙醇胺溶液：1+3。

5.3.2.4 氢氧化钾溶液：200 g/L。

5.3.2.5 淀粉溶液：20 g/L。称取 2 g 可溶性淀粉于 200 mL 烧杯中，加 5 mL 水润湿，加 95 mL 沸水搅拌，煮沸，冷却备用。

5.3.2.6 氨-氯化铵缓冲溶液：pH≈10。按 HG/T 2843—1997 中 9.5.1 的方法进行配制。

5.3.2.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液：c(EDTA)=0.02 mol/L。

5.3.2.8 孔雀绿指示液：1 g/L。

5.3.2.9 钙黄绿素-甲基百里香草酚蓝指示剂(简称钙黄绿素指示剂)：0.10 g 钙黄绿素与 0.10 g 甲基麝香草酚蓝(或甲基百里香酚蓝)与 0.03 g 百里香酚酞、5 g 氯化钾研细混匀，贮存于磨口瓶中备用。

5.3.2.10 酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂(简称 K-B 指示剂)。

5.3.3 仪器

通常实验室用仪器。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 试样溶液的制备

称取约 3 g 试样(精确至 0.000 2 g)，置于 250 mL 烧杯中，用少量水润湿试样，盖上表面皿，由烧杯嘴缓缓加入 25 mL 盐酸溶液，摇动片刻，待剧烈反应停止后置于电热板上加热溶解，并煮沸 15min。冷

中国磷交所www.zhonglinex.com

却至室温后转移至 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀后干过滤，弃去最初部分滤液，即得试样溶液 B。

5.3.4.2 钙含量的测定

准确吸取一定量的试样溶液 B(以 Ca 计 15 mg 以下)于三角烧瓶中，加水 50 mL，加淀粉溶液 10 mL、三乙醇胺溶液 8 mL、1 滴孔雀绿指示液，滴加氢氧化钾溶液至无色，再过量 10 mL，加 0.1 g 盐酸羟胺(每加一种试剂都须摇匀)、加钙黄绿素指示剂 0.1 g～0.3 g，在黑色背景下立即用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失呈现紫红色为滴定终点。

5.3.4.3 钙镁总量的测定

准确吸取一定量的试样溶液 B(以 Ca+Mg 计，总量 15 mg 以下)于三角烧瓶中，加水 50 mL、三乙醇胺溶液 8 mL、氨-氯化铵缓冲溶液 10 mL，再加 0.1 g 盐酸羟胺(每加一种试剂都须摇匀)、0.1 g K-B 指示剂，此时溶液呈红色，用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至蓝色，若摇动半分钟仍不褪色认为达到滴定终点。

5.3.4.4 空白试验

除不加试样外，与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤进行平行测定。

5.3.5 分析结果的表述

5.3.5.1 钙含量以钙(Ca)的质量分数 W_2 计，数值以%表示，按式(2)计算：

$$W_2=\frac{c_2(V_2-V_{02})\times 40.08}{1000m_2V_3/250}\times 100=\frac{c_2(V_2-V_{02})\times 1002}{m_2V_3} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

c_2——EDTA 标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_2——测定钙含量时，EDTA 标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_{02}——测定钙含量时，空白试验消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_3——测定钙含量时吸取试样溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

m_2——试料质量的数值，单位为克(g)；

40.08——钙的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)；

250——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为测定结果。

5.3.5.2 镁含量以镁(Mg)的质量分数 W_3 计，数值以%表示，按式(3)计算：

$$W_3=\frac{c_2[(V_4-V_{03})/V_5-(V_2-V_{02})/V_3]\times 24.31}{1000\times m_2/250}\times 100=\frac{c_2[(V_4-V_{03})/V_5-(V_2-V_{02})/V_3]\times 607.8}{m_2} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

V_4——测定钙镁含量时，EDTA 标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_{03}——测定钙镁含量时，空白试验消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_5——测定钙镁总量时吸取试样溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

24.31——镁的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)。

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。

5.3.5.3 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 0.40%。

中国磷交所www.zhonglinex.com

5.4 游离水的测定

5.4.1 原理

在一定温度和真空度下，以试料干燥 2 h 的失重量为游离水含量。

5.4.2 仪器

5.4.2.1 通常实验室用仪器。

5.4.2.2 电热恒温真空干燥箱：温度可控制在(50±2)℃，真空度可控制在 6.4×10^4 Pa～7.1×10^4 Pa。

5.4.2.3 称量瓶：直径 50 mm，高 30 mm。

5.4.3 分析步骤

于预先干燥至恒重的称量瓶中，称取约 2 g 试样(精确至 0.000 2 g)，置于(50±2)℃，通干燥空气调节真空度为 6.4×10^4 Pa～7.1×10^4 Pa 的电热恒温真空干燥箱中干燥 2 h±10min，取出，在干燥器中冷却至室温，称量。

5.4.4 分析结果的表述

5.4.4.1 分析结果的计算

游离水以水(H_2O)的质量分数 W_4 计，数值以%表示，按式(4)计算：

$$W_4=\frac{m_3-m_4}{m_3}\times100 \quad\cdots\cdots(4)$$

式中：

m_3——干燥前试料质量的数值，单位为克(g)；

m_4——干燥后试料质量的数值，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。

5.4.4.2 允许差

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.20%。

5.5 粒度的测定

5.5.1 原理

用一定规格试验筛，将实验室样品分成不同粒径的颗粒，称量，计算百分率。

5.5.2 仪器

5.5.2.1 通常实验室用仪器。

5.5.2.2 试验筛(GB/T 6003.1—1997 R40/3 系列)：孔径为 1.00 mm 和 4.75 mm 的筛子，附有筛盖和底盘。

5.5.2.3 振筛机。

5.5.3 分析步骤

将试验筛按 1.00 mm 和 4.75 mm 由下至上依次叠好装上底盘，称取 6.9 条中供粒度测定的试样约 200 g(精确至 0.5 g)，置于 4.75 mm 试验筛上，盖上筛盖，置于振筛机上夹紧，振荡 5min，或进行人工振荡。称量 1.00 mm～4.75 mm 之间的试料，夹在筛孔中的试料作不通过此筛处理。

5.5.4 分析结果的表述

粒度以 1.00 mm～4.75 mm 的试料占整个试料的质量分数 W_5 计，数值以%表示，按式(5)计算：

$$W_5=\frac{m_5}{m_6}\times100 \quad\cdots\cdots(5)$$

式中：

m_5——1.00 mm～4.75 mm 之间的试料质量的数值，单位为克(g)；

m_6——试料的质量的数值，单位为克(g)。

中国磷交所www.zhonglinex.com

计算结果表示到小数点后一位。

6 检验规则

6.1 本标准中产品质量指标合格判断，采用 GB/T 1250 中的“修约值比较法”。

6.2 产品应由生产企业质量监督部门进行检验，生产企业应保证所有出厂的产品均符合本标准的要求。每批出厂的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、产品总氮含量、钙含量、镁含量以及本标准号。

6.3 用户有权按本标准规定的检验规则和检验方法对所收到的产品进行检验，检查其质量指标是否符合本标准要求。

6.4 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 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。

6.6 袋装产品按表 2 取样，超过 512 袋时，按式(6)计算结果采样，计算结果如遇小数，则进为整数。

表 2 采样袋数

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		

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

式中：

n——采样袋数；

N——每批产品总袋数。

按表 2 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 100 g 样品，每批采取总样品量不得少于 2 kg。

6.7 散装产品，按 GB/T 6679 规定进行采样。

6.8 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，分装于两个洁净、干燥的 500 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，一瓶保存二个月，以备查用。

6.9 试样制备：由 6.8 中所取一瓶约 500 g 缩分样品，经多次缩分至约 100 g，迅速研磨至全部通过 0.5 mm孔径筛，混合均匀，置于洁净、干燥瓶中，作成分分析。余下实验室样品供粒度测定。

6.10 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时，应按《产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法》有关规定执行。

7 标识

应在包装袋上标明总氮含量、钙含量、镁含量，其余应符合 GB 18382 的规定。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品包装应按 GB 8569 中对硝酸铵产品的规定进行。每袋净含量(50±0.5)kg、(40±0.4)kg、

中国磷交所www.zhonglinex.com

(25±0.25)kg,平均每袋净含量不得低于50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg。

8.2 产品应贮存于阴凉干燥处,在运输过程中应防潮、防晒、防破损。

中国磷交所www.zhonglinex.com