

ICS 65.080
G 21



中华人民共和国国家标准

GB 15063—2009
代替 GB 15063—2001

复混肥料(复合肥料)

Compound fertilizer (Complex fertilizer)

2009-11-30 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第4章(表1中水分的要求和4.3除外)、第6章、第7章(7.5除外)和第8章(8.3除外)为强制性条款,其余为推荐性条款。

本标准代替GB 15063—2001《复混肥料(复合肥料)》。

本标准与GB 15063—2001的主要差异是:

- 进一步明确了范围;
- 调整了高浓度产品的水溶性磷占有有效磷百分率的指标;
- 将水分改为以出厂检验数据为准;
- 增加了标明含氯的产品的氯离子含量指标,按低氯、中氯、高氯分别规定;
- 增加了用自动分析仪测定产品的氮、磷、钾含量,适用于快速检验;
- 将粒度和氯离子的质量分数的测定写在附录A和附录B中;
- 增加了缩二脲含量的测定方法和应在产品质量证明书中标注缩二脲含量的要求;
- 细化了产品包装标识的规定,增加了含尿素态氮的产品和含氯(高氯)产品的警示语的要求。

本标准的附录A和附录B为规范性附录,分别规定了粒度和氯离子的测定方法。

自标准实施之日起,出厂产品应执行新标准;标准实施之日六个月后,市场上复混肥料(复合肥料)产品外包装禁止标注GB 15063—2001。

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(SAC/TC 105)归口。

本标准起草单位:国家化肥质量监督检验中心(上海)、中国-阿拉伯化肥有限公司、中化化肥有限公司、吉林省产品质量监督检验院。

本标准主要起草人:章明洪、王连军、刘刚、郑树林、周兰影、刘俊会、杜显兰、杨一。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 15063—1994、GB 15063—2001。

复混肥料(复合肥料)

1 范围

本标准规定了复混肥料(复合肥料)的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于复混肥料(包括各种专用肥料以及冠以各种名称的以氮、磷、钾为基础养分的三元或二元固体肥料);已有国家标准或行业标准的复合肥料如磷酸一铵、磷酸二铵、硝酸磷肥、硝酸磷钾肥、农业用硝酸钾、磷酸二氢钾、钙镁磷钾肥及有机-无机复混肥料、掺混肥料等应执行相应的产品标准。缓释复混肥料同时执行相应的标准。

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 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 8170—2008 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/T 8572 复混肥料中总氮含量测定 蒸馏后滴定法

GB/T 8573 复混肥料中有效磷含量测定

GB/T 8574 复混肥料中钾含量测定 四苯基合硼酸钾重量法

GB/T 8576 复混肥料中游离水含量测定 真空烘箱法

GB/T 8577 复混肥料中游离水含量测定 卡尔·费休法

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB/T 22923 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法

GB/T 22924 复混肥料(复合肥料)中缩二脲含量的测定

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 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

复混肥料 compound fertilizer

氮、磷、钾三种养分中,至少有两种养分标明量的由化学方法和(或)掺混方法制成的肥料。

3.2

复合肥料 complex fertilizer

氮、磷、钾三种养分中,至少有两种养分标明量的仅由化学方法制成的肥料,是复混肥料的一种。

3.3

掺混肥料 bulk blending fertilizer

氮、磷、钾三种养分中,至少有两种养分标明量的由干混方法制成的颗粒状肥料,也称 BB 肥。

3.4

有机-无机复混肥料 organic-inorganic compound fertilizer

含有一定量有机质的复混肥料。

3.5

大量元素(主要养分) primary nutrient; macronutrient

对元素氮、磷、钾的通称。

3.6

中量元素(次要养分) secondary element; nutrient

对元素钙、镁、硫等的通称。

3.7

微量元素(微量养分) trace element; micronutrient

植物生长所必需的,但相对来说是少量的元素,例如硼、锰、铁、锌、铜、钼或钴等。

3.8

总养分 total primary nutrient

总氮、有效五氧化二磷和氧化钾含量之和,以质量分数计。

3.9

标明量 declarable content

在肥料或土壤调理剂标签或质量证明书上标明的元素(或氧化物)含量。

3.10

标识 marking

用于识别肥料产品及其质量、数量、特征、特性和使用方法所做的各种表示的统称。标识可用文字、符号、图案以及其他说明物等表示。

3.11

标签 label

供识别肥料和了解其主要性能而附以必要资料的纸片、塑料片或者包装袋等容器的印刷部分。

3.12

配合式 formula

按 N-P₂O₅-K₂O(总氮-有效五氧化二磷-氧化钾)顺序,用阿拉伯数字分别表示其在复混肥料中所占百分比含量的一种方式。

注：“0”表示肥料中不含该元素。

4 要求

4.1 外观:粒状、条状或片状产品,无机械杂质。

4.2 复混肥料(复合肥料)应符合表1的要求,同时应符合包装容器上的标明值。

表1 复混肥料(复合肥料)的要求

项 目	指 标		
	高浓度	中浓度	低浓度
总养分(N+P ₂ O ₅ +K ₂ O)的质量分数 ^a /%	≥ 40.0	30.0	25.0
水溶性磷占有有效磷百分率 ^b /%	≥ 60	50	40
水分(H ₂ O)的质量分数 ^c /%	≤ 2.0	2.5	5.0
粒度(1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm) ^d /%	≥ 90	90	80

表 1 (续)

项 目		指 标		
		高浓度	中浓度	低浓度
氯离子的质量分数 ^e /%	未标“含氯”的产品 ≤	3.0		
	标识“含氯(低氯)”的产品 ≤	15.0		
	标识“含氯(中氯)”的产品 ≤	30.0		
<p>^a 组成产品的单一养分含量不应小于 4.0%，且单一养分测定值与标明值负偏差的绝对值不应大于 1.5%。</p> <p>^b 以钙镁磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥并在包装容器上注明为“枸溶性磷”时，“水溶性磷占有有效磷百分率”项目不做检验和判定。若为氮、钾二元肥料，“水溶性磷占有有效磷百分率”项目不做检验和判定。</p> <p>^c 水分为出厂检验项目。</p> <p>^d 特殊形状或更大颗粒(粉状除外)产品的粒度可由供需双方协议确定。</p> <p>^e 氯离子的质量分数大于 30.0% 的产品，应在包装袋上标明“含氯(高氯)”，标识“含氯(高氯)”的产品氯离子的质量分数可不做检验和判定。</p>				

4.3 缩二脲的质量分数
符合供需双方约定的要求。

5 试验方法

GB/T 22923 中的方法适用于快速检验。

5.1 外观

目测法测定。

5.2 总氮含量的测定

按 GB/T 8572 或 GB/T 22923 进行测定。以 GB/T 8572 中的方法为仲裁法。

5.3 有效磷含量的测定和水溶性磷占有有效磷百分率的计算

按 GB/T 8573 或 GB/T 22923 进行测定。以 GB/T 8573 中的方法为仲裁法。

5.4 钾含量的测定

按 GB/T 8574 或 GB/T 22923 进行测定。以 GB/T 8574 中的方法为仲裁法。

5.5 水分的测定

按 GB/T 8577 或 GB/T 8576 进行。以 GB/T 8577 中的方法为仲裁法。

5.6 粒度的测定

按附录 A 进行。

5.7 氯离子含量的测定

按附录 B 进行。

5.8 缩二脲含量的测定

按 GB/T 22924 进行测定。以液相色谱法为仲裁法。

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，表 1 中氯离子的质量分数为型式检验项目，其余为出厂检验项目。型式检验项目在下列情况时，应进行测定：

- 正式生产时，原料、工艺发生变化；
- 正式生产时，定期或积累到一定量后，应周期性进行一次检验；

——国家质量监督机构提出型式检验的要求时。

缩二脲的质量分数在供需双方有约定时进行检验。

6.2 组批

产品按批检验,以一天或两天的产量为一批,最大批量为 1 000 t。

6.3 采样方案

6.3.1 袋装产品

不超过 512 袋时,按表 2 确定采样袋数;大于 512 袋时,按式(1)计算结果确定最少采样袋数,如遇小数,则进为整数。

$$\text{最少采样袋数} = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

N——每批产品总袋数。

表 2 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	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 2 或式(1)计算结果随机抽取一定袋数,用采样器沿每袋最长对角线插入至袋的 3/4 处,每袋取出不少于 100 g 样品,每批采取总样品量不少于 2 kg。

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 kg,再缩分成两份,分装于两个洁净、干燥的 500 mL 具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中(生产企业质检部门可用洁净干燥的塑料自封袋盛装样品),密封并贴上标签,注明生产企业名称、产品名称、批号或生产日期、取样日期和取样人姓名,一瓶做产品质量分析,另一瓶保存两个月,以备查用。

6.4.2 试样制备

由 6.4.1 中取一瓶样品,经多次缩分后取出约 100 g 样品,迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛子(如样品潮湿或很难粉碎,可研磨至全部通过 1.00 mm 孔径试验筛),混匀,置于洁净、干燥的瓶中,做成分分析。余下样品供粒度测定用。

6.5 结果判定

6.5.1 本标准中产品质量指标合格判定,采用 GB/T 8170—2008 中“修约值比较法”。

6.5.2 出厂检验的项目全部符合本标准要求时,判该批产品合格。

6.5.3 如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时,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,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、总养分、配合式或主要养分含量、氯离子含量、缩二脲含量、本标准号 and 法律法规规定应标注的内容。以钙、镁、磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥的产品应注明为“枸溶性磷”,并应注明是否为“硝态氮”或“尿素态氮”。

7 标识

7.1 产品中如果含有硝态氮,应在包装容器上标明“含硝态氮”。

7.2 以钙、镁、磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥的产品应在包装容器上标明为“枸溶性磷”。

7.3 氯离子的质量分数大于 3.0% 的产品,应根据 4.2 要求的“氯离子的质量分数”,用汉字明确标注“含氯(低氯)”、“含氯(中氯)”或“含氯(高氯)”,而不是标注“氯”、“含 Cl”或“Cl”等。标明“含氯”的产品,包装容器上不应有忌氯作物的图片,也不应有“硫酸钾(型)”、“硝酸钾(型)”、“硫基”等容易导致用户误认为产品不含氯的标识。有“含氯(高氯)”标识的产品应在包装容器上标明产品的适用作物品种和“使用不当会对作物造成伤害”的警示语。

7.4 含有尿素态氮的产品应在包装容器上标明以下警示语:“含缩二脲,使用不当会对作物造成伤害”。

7.5 产品外包装袋上应有使用说明,内容包括:警示语(如“氯含量较高、含缩二脲,使用不当会对作物造成伤害”等)、使用方法、适宜作物及不适宜作物、建议使用量等。

7.6 每袋净含量应标明单一数值,如 50 kg。

7.7 其余应符合 GB 18382。

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 或 10.0 kg,每袋净含量允许范围分别为 (50 ± 0.5) kg、 (40 ± 0.4) kg、 (25 ± 0.25) kg、 (10 ± 0.1) 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。

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

8.3 在符合 GB 8569 规定的前提下,宜使用经济实用型包装。

8.4 产品应贮存于阴凉干燥处,在运输过程中应防潮、防晒、防破裂。

附 录 A
(规范性附录)
复混肥料(复合肥料)粒度的测定

A.1 方法提要

用一定规格的试验筛,将实验室样品分成不同粒径的颗粒,称量,计算质量分数。

A.2 仪器

通常实验室用仪器和以下仪器。

A.2.1 试验筛(GB/T 6003.1—1997 中 R40/3 系列):孔径为 1.00 mm、4.75 mm 或 3.35 mm、5.60 mm 的筛子,附盖和底盘;

A.2.2 天平:感量为 0.5 g;

A.2.3 振筛机。

A.3 测定

根据产品颗粒的大小,将筛子按 1.00 mm、4.75 mm 或(3.35 mm、5.60 mm)依次叠好装上底盘,称取 6.4.2 中经缩分的实验室样品约 200 g(精确至 0.5 g),分别置于 4.75 mm 或 5.60 mm 筛子上,盖上筛盖,置于振筛机上,夹紧筛盖,振荡 5 min,或进行人工筛分。称量 1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm 之间的试料(精确至 0.5 g),夹在筛孔中的试料作不通过此筛处理。

A.4 分析结果的表述

粒度 w_1 ,以粒径 1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm 的试料占全部试料的质量分数计,数值以%表示,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

m_1 ——1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm 之间的试料质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位。

附 录 B

(规范性附录)

复混肥料(复合肥料)中氯离子含量的测定

B.1 方法提要

试料在微酸性溶液中,加入过量的硝酸银溶液,使氯离子转化成为氯化银沉淀,用邻苯二甲酸二丁酯包裹沉淀,以硫酸铁铵为指示剂,用硫氰酸铵标准溶液滴定剩余的硝酸银。

B.2 试剂

本方法中所用试剂、溶液和水,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

B.2.1 邻苯二甲酸二丁酯;

B.2.2 硝酸溶液:1+1;

B.2.3 硝酸银溶液 [$c(\text{AgNO}_3)=0.05 \text{ mol/L}$]:称取 8.7 g 硝酸银,溶解于水中,稀释至 1 000 mL,储存于棕色瓶中;

B.2.4 氯离子标准溶液(1 mg/mL):准确称取 1.648 7 g 经 270 ℃~300 ℃烘干至质量恒定的基准氯化钠于烧杯中,用水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀,储存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 mg 氯离子(Cl^-);

B.2.5 硫酸铁铵指示液(80 g/L):溶解 8.0 g 硫酸铁铵于 75 mL 水中,过滤,加几滴硫酸,使棕色消失,稀释至 100 mL;

B.2.6 硫氰酸铵标准滴定溶液 [$c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.05 \text{ mol/L}$]:称取 3.8 g 硫氰酸铵溶解于水中,稀释至 1 000 mL。

标定方法如下:准确吸取 25.0 mL 氯标准溶液于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液和 25.0 mL 硝酸银溶液,摇动至沉淀分层,加入 5 mL 邻苯二甲酸二丁酯,摇动片刻。加入水,使溶液总体积约为 100 mL,加入 2 mL 硫酸铁铵指示液,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定剩余的硝酸银,至出现浅橙红色或浅砖红色为止。同时进行空白试验。

硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度 $c(\text{mol/L})$ 按式(B.1)计算:

$$c = \frac{m_2}{0.03545 \times (V_0 - V_1)} \quad \dots\dots\dots(\text{B.1})$$

式中:

V_0 ——空白试验(25.0 mL 硝酸银溶液)所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定剩余的硝酸银所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m_2 ——所取氯离子标准溶液中氯离子的质量的数值,单位为克(g);

0.035 45——氯离子的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

计算结果保留四位有效数字。

B.3 测定

做两份试料的平行测定。

称取试样约 1 g~10 g(精确至 0.001 g)(称样量范围见表 B.1)于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,缓慢加热至沸,继续微沸 10 min,冷却至室温,溶液转移到 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初的部分滤液。

准确吸取一定量的滤液(含氯离子约 25 mg)于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液,加入 25.0 mL 硝酸银溶液,摇动至沉淀分层,加入 5 mL 邻苯二甲酸二丁酯,摇动片刻。

表 B.1 称样量范围

氯离子质量分数, w_2 / %	$w_2 < 5$	$5 \leq w_2 \leq 25$	$w_2 > 25$
称样量/g	10~5	5~1	1

加入水,使溶液总体积约为 100 mL,加入 2 mL 硫酸铁铵指示液,用硫氰酸铵标准溶液滴定剩余的硝酸银,至出现浅橙红色或浅砖红色为止。同时进行空白试验。

B.4 分析结果的表述

氯离子的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(B.2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0 - V_2) \times c \times 0.035\ 45}{m_3 \times D} \times 100 \quad \dots\dots\dots(B.2)$$

式中:

V_0 ——空白试验(25.0 mL 硝酸银溶液)所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定试液时所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m_3 ——试料质量的数值,单位为克(g);

D ——测定时吸取试液体积与试液的总体积的比值;

0.035 45——氯离子的毫摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

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。

B.5 允许差

氯离子含量测定的允许差应符合表 B.2 的要求。

表 B.2 氯离子含量测定的允许差

氯离子质量分数, w_2 / %	$w_2 < 5$	$5 \leq w_2 \leq 25$	$w_2 > 25$
平行测定结果的绝对差值 \leq	0.20	0.30	0.40
不同实验室测定结果的绝对差值 \leq	0.30	0.40	0.60