

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5939—2021

肥料级聚磷酸铵

Fertilizer grade ammonium polyphosphate

2021-12-02 发布

2022-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会磷复肥分技术委员会（SAC/TC105/SC3）归口。

本文件起草单位：上海化工研究院有限公司、成都云图控股股份有限公司、金正大生态工程集团股份有限公司、史丹利农业集团股份有限公司、瓮福（集团）有限责任公司、四川大学、什邡市长丰化工有限公司、贵州川恒化工股份有限公司、上海化工院检测有限公司、华南农业大学、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、云南云天化股份有限公司。

本文件主要起草人：王辛龙、黄河清、胡兆平、徐勤政、刘晓霞、杨宏、杨劲松、朱寿山、陈剑秋、王露、张承林、袁亮、张应虎、杨一、陈明良、杨晶旭。

肥料级聚磷酸铵

1 范围

本文件规定了肥料级聚磷酸铵的术语和定义、要求、样品、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本文件适用于采用化学反应工艺生产的肥料级聚磷酸铵。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 191 包装储运图示标志
GB/T 6679 固体化工产品采样通则
GB/T 6680 液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/T 8569 固体化学肥料包装
GB/T 8572 复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法
GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法
GB 18382 肥料标识 内容和要求
GB 38400 肥料中有毒有害物质的限量要求
HG/T 2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液
NY/T 1108 液体肥料 包装技术要求
NY/T 1973 水溶肥料 水不溶物含量和 pH 的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

肥料级聚磷酸铵 fertilizer grade ammonium polyphosphate

采用化学反应工艺生产的固体或流体聚磷酸铵。分子式： $(\text{NH}_4)_{n+2}\text{P}_n\text{O}_{3n+1}$ （ n 为平均聚合度，满足 $1 < n \leq 20$ ）。

3.2

聚合率 polymerization ratio

聚磷酸铵中聚合态磷占有效磷的百分率，即肥料级聚磷酸铵中有效磷含量减去其中正磷酸盐含量的差值（均以 P_2O_5 计）与前者的比值。

3.3

总养分 total primary nutrient

总氮、有效磷含量之和，以质量分数计。

4 要求

4.1 技术要求

产品应符合表 1 中相应类别的要求，同时应符合包装容器上的标明值。

表 1 肥料级聚磷酸铵的技术要求

项 目	指 标			
	固 体		流 体	
	I 类	II 类	I 类	II 类
外观	均匀的固体粉末或颗粒， 无可见机械杂质		均匀流体，无可见机械杂质	
总养分 (N+P ₂ O ₅)* / %	≥ 68.0	54.0	46.0	43.0
有效磷 (以 P ₂ O ₅ 计) / %	≥ 55.0	41.0	36.0	33.0
总氮 (以 N 计) / %	≥ 12.0	12.0	9.0	9.0
聚合率 / %	≥ 75.0	60.0	65.0	60.0
水不溶物 / %	≤ 0.5	1.0	0.2	0.5
水分 ^b / %	≤ 3.0	3.0	—	—
pH 值 ^c (1 : 250 倍稀释)	标明值	标明值	标明值	标明值
^a 组成产品的单一养分测定值与标明值负偏差的绝对值应不大于 1.5%，且总养分应大于等于标明值。 ^b 水分仅对固体产品做要求，以生产企业出厂检验数据为准。 ^c pH 值应以单一数值标明，测定值与标明值的差值的绝对值应不大于 1.0，固体产品标明值应在 4.0~9.0 之间，液体产品标明值应在 5.0~9.0 之间。				

4.2 有毒有害物质限量

应符合 GB 38400。

5 样品

5.1 采样

固体产品按 GB/T 6679 的规定采样，流体产品按 GB/T 6680 的规定采样。

5.2 样品缩分

将所采样品置于洁净、干燥的容器中，迅速混匀。取 1000 g 固体样品或 1000 mL 液体样品，分装于两个洁净、干燥的容器中，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、采样日期、采样人姓名。其中一瓶用于产品质量分析；另一瓶应保存至少 2 个月，以备复检。

5.3 试样制备

固体样品经两次缩分后，取出约 100 g，将其迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛（如样品潮湿，可通过 1.00 mm 孔径筛），混合均匀，置于洁净、干燥的容器中，用于测定。

液体样品经多次摇动后，迅速取出约 100 mL，置于洁净、干燥的容器中，用于测定。

6 试验方法

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

6.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 2843 的规定制备与标定。

6.2 外观

在自然光条件下，以目视法检测。

6.3 有效磷含量

6.3.1 方法提要

用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液提取有效磷，在硝酸作用下将有效磷中聚合态磷酸根全部转化为正磷酸根，正磷酸根离子与喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀，用磷钼酸喹啉重量法测定磷含量。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 硝酸溶液：1+1。

6.3.2.2 喹钼柠酮溶液。

6.3.2.3 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液：37.5 g/L。

称取 37.5 g EDTA 于 1000 mL 烧杯中，加入少量水溶解，用水稀释至 1000 mL，混匀。

6.3.2.4 氢氧化钠溶液：200 g/L。

6.3.3 仪器设备

6.3.3.1 通常实验室仪器。

6.3.3.2 玻璃坩埚式滤器：4 号，30 mL。

6.3.3.3 电热恒温干燥箱：(180±2)℃。

6.3.3.4 酸度计：分度值 0.02 pH 单位。

6.3.4 测定步骤

6.3.4.1 测定要求

做两份试料的平行测定。

6.3.4.2 试样溶液的制备

称取含有 300 mg~500 mg 五氧化二磷的试样（精确至 0.000 2 g），置于 250 mL 烧杯中，加入 150 mL EDTA 溶液，用氢氧化钠溶液调节 pH 值至 12.0~12.5 之间，加热煮沸至少 15 min。取下烧杯，待冷却至室温后，转移至 250 mL 容量瓶中，加水定容，混匀。干过滤，弃去最初几毫升滤液，待测。

6.3.4.3 测定

用移液管移取 10 mL 试样溶液（含 10 mg~20 mg 五氧化二磷）（6.3.4.2），置于 500 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液、80 mL 水，加热至沸，并持续至少 15 min。取下，加入 35 mL 喹钼柠酮溶液，盖上表面皿，加热微沸 1 min，或置于近沸水浴中保温至沉淀分层。取出烧杯，冷却至室温。用预先在 $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的玻璃坩埚式滤器过滤，先将上层清液滤完，然后用倾泻法洗涤沉淀 1 次~2 次，每次用约 25 mL 水。将沉淀移入滤器中，再用水洗涤，所用水共 125 mL~150 mL。将沉淀连同滤器置于 $(180 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱内，待温度达到 180°C 后，干燥 45 min。取出，移入干燥器内，冷却至室温，称量。

6.3.4.4 空白试验

除不加试样外，与试样测定同时，按相同的操作进行。

6.3.5 试验数据处理

有效磷含量 w_0 ，以五氧化二磷的质量分数计，数值以 % 表示，按公式（1）计算：

$$w_0 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.032\ 07}{m_{01} \times (10/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——试样溶液中所得磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m_{01} ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 2 位。

取平行测定结果的算术平均值作为测定的结果。

6.3.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.24%，以大于 0.24% 的情况不超过 5% 为前提。

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.65%，以大于 0.65% 的情况不超过 5% 为前提。

注：从实验室间试验结果得到的统计数据参见附录 C。

6.4 总氮含量

按 GB/T 8572 进行。

6.5 聚合率

6.5.1 离子色谱法

6.5.1.1 方法提要

离子色谱法仅适用于固体Ⅰ类和流体产品。对于固体Ⅰ类和流体产品，离子色谱法为聚合率的仲裁法。

基于产品中各种磷酸盐对色谱柱的亲合力不同导致的吸附保留时间差异，采用梯度淋洗法，使产品中的正磷酸盐及聚合态磷酸盐按顺序洗脱，再利用色谱峰面积与正磷酸盐浓度的正相关性得到正磷酸盐含量，样品中有效磷含量与正磷酸盐含量的差值同有效磷含量的比值即为产品聚合率。

6.5.1.2 试剂或材料

6.5.1.2.1 水：GB/T 6682 中规定的一级水。

6.5.1.2.2 正磷酸盐标准溶液（以 P_2O_5 计）：1000 mg/L。

称取 1.919 5 g 在 105 °C 干燥至恒重的优级纯磷酸二氢钾（99.9%）（精确至 0.000 2 g）至 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 水，搅拌溶解，溶解后用水转移至 1000 mL 容量瓶中，定容。

6.5.1.3 仪器设备

6.5.1.3.1 离子色谱仪：搭配能够有效分离产品的阴离子分离柱，配置氢氧化钾淋洗液，具有梯度淋洗功能，配置电导检测器。

6.5.1.3.2 柱温箱：控制温度为 (30 ± 0.2) °C。

6.5.1.3.3 0.22 μm 水性滤膜：带针头过滤器。

6.5.1.4 测定步骤

6.5.1.4.1 试样溶液的制备

称取含有 300 mg~500 mg 五氧化二磷的试样（精确至 0.000 2 g），置于 150 mL 烧杯中，加水润湿。转移至 250 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。取上层清液，过 0.22 μm 水性滤膜针头过滤器，待测。

6.5.1.4.2 参考离子色谱条件

参考离子色谱条件如下：

- 色谱柱：氢氧化物选择性，可兼容梯度洗脱的高容量阴离子交换柱，推荐 Dionex IonPac AS16 型阴离子分离柱（4 mm×250 mm），也可使用其他性能相当的离子色谱柱；
- 柱温箱温度：30 °C；
- 抑制器：连续自动再生膜阴离子抑制器，或其他等效抑制装置；
- 检测器：电导检测器；
- 淋洗液：氢氧化钾溶液，梯度淋洗时间及氢氧化钾浓度见表 2，流速 1.2 mL/min；
- 进样体积：25 μL（可根据试样中被测离子含量进行调整）。

表 2 梯度淋洗程序

时间/min	OH ⁻ 浓度/(mmol/L)
0.00	30
8.00	80
15.00	80
16.00	30
21.00	30

6.5.1.4.3 标准曲线的制作

分别移取不同体积的正磷酸盐标准溶液，配制浓度为 0 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、10 mg/L、50 mg/L、200 mg/L 的正磷酸盐（以 P₂O₅ 计）标准工作曲线系列溶液。从低浓度到高浓度依次进样测定。以离子色谱图峰面积为纵坐标、样品浓度为横坐标绘制正磷酸盐标准曲线，计算得到线性回归方程。

参考色谱图及保留时间参见附录 A。

6.5.1.4.4 正磷酸盐含量的测定

将试样溶液在相同工作条件下注入离子色谱仪中，记录色谱图，正磷酸根的出峰位置（保留时间）由正磷酸盐标准溶液的出峰位置决定。通过标准曲线或回归方程，由所测样品正磷酸盐的峰面积计算其含量（mg/L）。

6.5.1.5 试验数据处理

6.5.1.5.1 正磷酸盐含量

正磷酸盐含量 w_1 ，以五氧化二磷的质量分数计，数值以 % 表示，按公式（2）计算：

$$w_1 = \frac{(c_1 - c_0)n \times (250/1000)}{m_{02} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c_1 ——由标准曲线计算出来的正磷酸盐浓度（以 P₂O₅ 计）的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 ——空白溶液中正磷酸盐浓度（以 P₂O₅ 计）的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

n ——稀释倍数；

m_{02} ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 2 位。

取平行测定结果的算术平均值作为测定的结果。

6.5.1.5.2 聚合率

聚合率 x_1 ，数值以 % 表示，按公式（3）计算：

$$x_1 = \frac{w_0 - w_1}{w_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

w_0 ——试样中有效磷含量（按 6.3 方法测得），以 % 表示；

w_1 ——试样中正磷酸盐含量，以 % 表示。

计算结果表示到小数点后 2 位。

6.5.1.6 正磷酸盐含量测定的精密度

正磷酸盐含量的测定，在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.41%，以大于 0.41% 的情况不超过 5% 为前提。

正磷酸盐含量的测定，在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限 (R)，以超过再现性限 (R) 的情况不超过 5% 为前提。

$$\text{再现性限}(R)=0.375m^{0.506}\%$$

式中：

m ——两个正磷酸盐含量测定值的平均值，以 % 表示。

注：从实验室间试验结果得到的统计数据参见附录 C。

6.5.2 离子交换树脂法

6.5.2.1 方法提要

聚磷酸铵溶液中含有正磷酸盐、焦磷酸盐、三聚磷酸盐及更高聚合态的聚磷酸盐等，利用强碱性阴离子交换树脂对不同形态磷酸根吸附能力的差异，用一定浓度的氯化钾溶液淋洗使正磷酸根被洗脱，采用钼蓝比色法测定正磷酸盐含量，样品中有效磷含量与正磷酸盐含量的差值同有效磷含量的比值即为肥料级聚磷酸铵的聚合率。最后用一定浓度的盐酸溶液将吸附在树脂上的聚合态磷全部洗出，实现树脂的再生。

6.5.2.2 试剂或材料

6.5.2.2.1 磷标准储备溶液： $\rho(\text{P}_2\text{O}_5)=1000\text{ mg/L}$ 。

称取 1.919 5 g 在 105 °C 干燥至恒重的优级纯磷酸二氢钾 ($\geq 99.9\%$) (精确至 0.000 2 g) 至 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 水，搅拌溶解，溶解后转移至 1000 mL 容量瓶中，定容，摇匀，备用。

6.5.2.2.2 磷标准使用液： $\rho(\text{P}_2\text{O}_5)=10\text{ mg/L}$ 。

将磷标准储备溶液准确稀释 100 倍，使用期 1 周。

6.5.2.2.3 缓冲溶液： $\text{pH}=4.3$ 。

称取 51 g 三水合乙酸钠 ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 和 46 mL 冰乙酸于水中，用水稀释至 1 L。

6.5.2.2.4 硫酸溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=10\text{ mol/L}$ 。

量取 278 mL 浓硫酸，缓慢加入到 500 mL 水中，并不断搅拌，冷却后，稀释至 1 L。

6.5.2.2.5 钼酸铵-硫酸溶液： $\rho(\text{钼酸铵-硫酸})=7.2\text{ g/L}$ 。

称取 7.2 g 四水合钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 于 200 mL ~ 300 mL 水中，缓慢加入 400 mL 硫酸溶液 (6.5.2.2.4)，冷却后，稀释至 1 L。

6.5.2.2.6 抗坏血酸溶液： $\rho(\text{抗坏血酸})=25\text{ g/L}$ 。

称取 2.5 g 抗坏血酸，溶于水中，定容至 100 mL，有效期 2 天。

6.5.2.2.7 氯化钾溶液： $\rho(\text{KCl})=0.15\text{ mol/L}$ 。

称取 11.18 g 氯化钾，溶于 600 mL 水中，再向溶液中加入 10 mL $\text{pH}=4.3$ 的缓冲溶液，定容至 1 L。

6.5.2.2.8 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=4\text{ mol/L}$ 。

量取 333 mL 浓盐酸于 500 mL 水中，稀释至 1 L。

6.5.2.2.9 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=2\text{ mol/L}$ 。

量取 167 mL 浓盐酸于 500 mL 水中，稀释至 1 L。

6.5.2.3 仪器设备

6.5.2.3.1 离子交换树脂：强碱性阴离子型、氯型，粒径 $0.07\text{ mm}\sim 0.16\text{ mm}$ 。在盐酸溶液（6.5.2.2.8）中浸泡 1 周，用水洗至澄清，保存于水中，备用。

6.5.2.3.2 离子交换柱：玻璃管内径 10 mm 、长 400 mm ，管底收缩，配玻璃活塞（50 mL 酸式滴定管可适用）。

6.5.2.3.3 分液漏斗： 125 mL 。

6.5.2.3.4 玻璃棉。

6.5.2.3.5 分光光度计：可在 650 nm 处测量。

6.5.2.3.6 一般实验室用玻璃量器。

6.5.2.4 测定步骤

6.5.2.4.1 装柱

将滴定管固定在架子上，关上活塞，在柱子底部装填 1 cm 厚的玻璃棉，加入 10 mL 水，将树脂装入滴定管中，高度 30 cm （静置几分钟，使其自然沉降），用盐酸溶液（6.5.2.2.9）浸泡，备用。用前按树脂再生步骤处理后，即可进样。

6.5.2.4.2 树脂再生

每次试样洗脱分离完毕后，用 200 mL 盐酸溶液（6.5.2.2.9）流过离子交换树脂柱且浸泡过夜使树脂再生。再次试验前用 50 mL 盐酸溶液（6.5.2.2.9）流过柱子，关闭活塞，将柱子充满水，塞上橡皮塞，倒转几次使树脂松动排出空气泡，将柱子垂直固定好，用水慢速洗脱树脂，然后以 $3.4\text{ mL/min}\sim 4.5\text{ mL/min}$ 流速洗至流出液的 pH 值为 $3.3\sim 5.0$ 。保持液面高于树脂层 1 cm ，关闭活塞和分液漏斗，备用。

6.5.2.4.3 洗脱

吸取 10 mL 试液（6.3.4.2）于树脂柱上的分液漏斗中，打开交换柱活塞和分液漏斗，使试液流入树脂层，用 10 mL 氯化钾溶液冲洗分液漏斗，再加入约 150 mL 氯化钾溶液，控制流速 $3.5\text{ mL/min}\sim 4.5\text{ mL/min}$ ，淋洗分离正磷酸盐组分，收集于 250 mL 容量瓶中，定容。再用约 200 mL 盐酸溶液（6.5.2.2.9）洗涤树脂柱，使树脂柱过夜再生。

6.5.2.4.4 标准曲线的绘制

按表 3 所示，分别移取 0 mL （为补偿溶液）、 2 mL 、 5 mL 、 10 mL 、 15 mL 、 20 mL 、 25 mL 磷标准使用液于 7 个 50 mL 具塞比色管中，各加水稀释至 25 mL ，再分别加入 10 mL 钼酸铵-硫酸溶液和 2 mL 抗坏血酸溶液，摇匀，在沸水中至少加热 15 min 。冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

用分光光度计，在波长 650 nm 处，以 1 cm 比色皿，用水作参比，测定系列溶液的吸光度。以各

溶液的吸光度 (A) 为纵坐标、五氧化二磷质量 (mg) 为横坐标绘制标准曲线。

表 3 五氧化二磷含量对照表

吸取磷标准使用液体积/mL	对应的五氧化二磷质量/mg
0.00	0.00
2.00	0.02
5.00	0.05
10.00	0.10
15.00	0.15
20.00	0.20
25.00	0.25

6.5.2.4.5 正磷酸盐含量的测定

从 6.5.2.4.3 中分离出来的正磷酸盐溶液中吸取 V mL 于 50 mL 具塞比色管中, 加水至 25 mL, 再加入 10 mL 钼酸铵-硫酸溶液和 2 mL 抗坏血酸溶液, 其后测定步骤同 6.5.2.4.4。

6.5.2.4.6 空白试验

除不加试样外, 与试样测定同时, 按相同的操作进行。

6.5.2.5 试验数据处理

6.5.2.5.1 正磷酸盐含量

正磷酸盐含量 w_1 , 以五氧化二磷的质量分数计, 数值以 % 表示, 按公式 (4) 计算:

$$w_1 = \frac{(c_1 - c_0) \times (250/V) \times (250/10)}{m_{03} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots (4)$$

式中:

c_1 ——从工作曲线上查得的试液中五氧化二磷的质量的数值, 单位为毫克 (mg);

c_0 ——空白试验中五氧化二磷的质量的数值, 单位为毫克 (mg);

V ——吸取分离出的正磷酸盐溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

m_{03} ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后 2 位。

取平行测定结果的算术平均值作为测定的结果。

6.5.2.5.2 聚合率

聚合率 x_1 , 数值以 % 表示, 按公式 (5) 计算:

$$x_1 = \frac{w_0 - w_1}{w_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

w_0 ——试样中有效磷含量 (按 6.3 方法测得), 以 % 表示;

w_1 ——试样中正磷酸盐含量, 以 % 表示。

计算结果表示到小数点后 2 位。

6.5.2.6 正磷酸盐含量测定的精密度

正磷酸盐含量的测定，在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.34%，以大于 0.34% 的情况不超过 5% 为前提。

正磷酸盐含量的测定，在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 1.28%，以大于 1.28% 的情况不超过 5% 为前提。

注：从实验室间试验结果得到的统计数据参见附录 C。

6.6 水不溶物含量

按 NY/T 1973 进行。

6.7 水分

按 GB/T 8576 进行。

6.8 pH 值

按 NY/T 1973 进行。

7 检验规则

7.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验。出厂检验项目为表 1 中的项目，型式检验项目为第 4 章的全部项目。

在有下列情况之一时，应进行型式检验：

- 正式生产后，如原材料、工艺有较大改变，可能影响产品质量指标时；
- 正常生产时，按周期进行型式检验，有毒有害物质含量每 2 年至少检验一次；
- 产品长期停产后恢复生产时；
- 政府监管部门提出型式检验的要求时。

7.2 组批

产品按批检验。以使用相同原料，按基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的产品为一批。固体产品最大批量为 60 t，流体产品最大批量为 120 t。

7.3 结果判定

7.3.1 产品质量指标合格判断，采用 GB/T 8170 中“修约值比较法”。

7.3.2 检验项目的检验结果全部符合本文件要求时，判该批产品合格。

7.3.3 出厂检验时，如果检验结果中有指标不符合本文件要求，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只有一项指标不符合本文件要求，则判该批产品不合格。

7.3.4 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、产品类别（固体Ⅰ类、固体Ⅱ类、流体Ⅰ类或流体Ⅱ类）、批号或生产日期、主要技术指标、本文件编号和法律法规要求需要标注的内容。

8 标识

8.1 产品名称为“肥料级聚磷酸铵”，应标明产品类别（固体Ⅰ类、固体Ⅱ类、流体Ⅰ类或流体Ⅱ类）、养分含量、pH值等指标值、GB/T 191规定的“怕雨”标志。

8.2 含有缩二脲的产品应在包装容器上标明“含缩二脲，使用不当会对作物造成伤害”的警示语。

8.3 pH值应以单一数值标明，不应标注范围（如4.0~9.0）。

8.4 可标明产品的平均聚合度或聚合度分布，测定方法参见附录A或附录B。

8.5 其余应符合GB 18382的要求。

9 包装、运输、贮存

9.1 固体产品包装应符合GB/T 8569的要求，采用双层包装。内包装用聚乙烯薄膜袋，内袋采用热合或人工扎口；外包装为塑料编织袋，外袋应牢固缝合。流体产品的包装应符合NY/T 1108的要求。每袋净含量（ 50 ± 0.5 ）kg、（ 40 ± 0.4 ）kg、（ 25 ± 0.2 ）kg、（ 10 ± 0.1 ）kg，平均每袋净含量不低于50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、10.0 kg。产品包装规格也可由供需双方协商，按双方合同约定执行。

9.2 流体产品在包装、运输和贮存过程中，当聚合率低于55%时，存在固相结晶析出的现象。

9.3 产品在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、日晒及高温，应轻装轻卸，避免包装破损。

9.4 产品应贮存在阴凉、通风、干燥的库房内，不应露天堆放，防止日晒、雨淋，避免不良条件的影响。

附 录 A

(资料性)

肥料级聚磷酸铵聚合度分布的测定

离子色谱法

A.1 方法提要

采用离子色谱法进一步测定固体 I 类和流体肥料级聚磷酸铵的聚合度分布，其测定程序与 6.5.1 基本一致，只需额外制作焦（二聚）磷酸盐和三聚磷酸盐的标准曲线存于离子色谱系统。四聚及更高聚合态磷酸盐由于缺少标准纯物质，采用减量法定量计算各自含量，即采用 6.3 测得有效磷含量减去离子色谱法测得样品正磷酸盐、焦磷酸盐、三聚磷酸盐含量，即为剩余各更高聚合态磷酸盐总含量，再根据其峰面积比例平均分配这部分含量，即可得出肥料级聚磷酸铵产品聚合度分布结果。

A.2 试验步骤

A.2.1 试验溶液的制备

称取最主要聚合态含量在 50 mg~100 mg 的五氧化二磷试样（精确至 0.000 2 g），置于 150 mL 烧杯中，加水润湿，转移至 250 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

A.2.2 标准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、40.00 mL、50.00 mL 1000 mg/L P_2O_5 标准溶液，置于 6 个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度线，摇匀。手动或自动吸取混合标准溶液，注入离子色谱仪，进行测定。

以离子色谱图峰面积为横坐标、样品浓度为纵坐标，分别绘制正磷酸盐、焦磷酸盐和三聚磷酸盐标准曲线，计算得到线性回归方程，并存入离子色谱服务器。

A.2.3 正磷酸盐、焦磷酸盐和三聚磷酸盐含量的测定

手动或自动吸取试验溶液，通过孔径不大于 0.45 μm 的过滤头注入离子色谱仪，并按一定的程序进行测定，得到如图 A.1 所示的色谱图。通过绘制的标准曲线，由所测样品正磷酸盐、焦磷酸盐和三聚磷酸盐的色谱峰面积计算其各自含量（mg/L）。

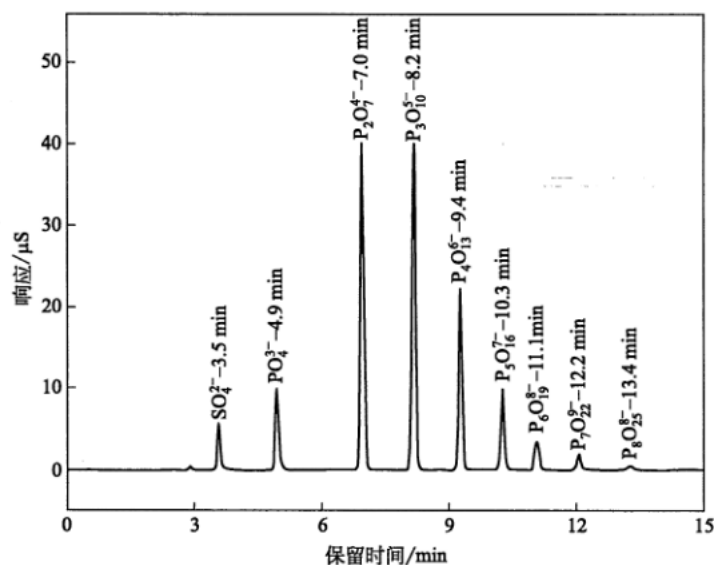


图 A.1 肥料级聚磷酸铵典型离子色谱图

A.2.4 有效磷含量的测定

见 6.3。

A.3 试验数据处理

A.3.1 正磷酸盐、焦磷酸盐和三聚磷酸盐含量

正磷酸盐、焦磷酸盐和三聚磷酸盐含量 w_n ($n=1, 2, 3$, 分别表示正磷酸盐、焦磷酸盐、三聚磷酸盐), 以五氧化二磷的质量分数计, 数值以%表示, 按公式 (A.1) 计算:

$$w_n = \frac{\rho_n \times (250/1000)}{m \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (A.1)}$$

式中:

ρ_n ——由标准曲线计算出来的磷酸盐含量 (以 P_2O_5 计) 的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

m ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

A.3.2 三聚以上聚磷酸盐含量

三聚以上聚磷酸盐含量 w_n (n 取 4~20), 以五氧化二磷的质量分数计, 数值以%表示, 按公式 (A.2) 计算:

$$w_n = \frac{S_n}{\sum S_n} \times [w_0 - (w_1 + w_2 + w_3)] \times 100 \quad \text{..... (A.2)}$$

式中:

S_n ——离子色谱中各聚合态聚磷酸盐峰面积的数值, 单位为微西门子分钟 ($\mu S \cdot \min$);

w_0 ——试样中有效磷含量;

w_1 ——试样中以五氧化二磷含量计的正磷酸盐含量;

w_2 ——试样中以五氧化二磷含量计的焦磷酸盐含量;

w_3 ——试样中以五氧化二磷含量计是三聚磷酸盐含量。

A.3.3 平均聚合度（重均聚合度）

平均聚合度（重均聚合度） \bar{n} ，按公式（A.3）计算：

$$\bar{n} = \frac{\sum_{n=1}^{20} n w_n}{w_0} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

- n ——试样中聚磷酸铵聚合度（如正磷酸盐 $n=1$ ，焦磷酸盐 $n=2$ ）；
- w_n ——试样中以五氧化二磷计的聚合度为 n 的聚磷酸铵含量，以%表示；
- w_0 ——试样中有效磷含量，以%表示。

计算结果表示到小数点后 2 位。
取平行测定结果的算术平均值作为测定的结果。

A.4 精密度

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 0.20。

附录 B

(资料性)

肥料级聚磷酸铵聚合度分布的测定

离子交换树脂法

B.1 原理

采用离子交换树脂法进一步测定肥料级聚磷酸铵的聚合度分布,其测定程序与 6.5.2 基本一致,只需在 6.5.2.4.3 洗脱过程除洗脱正磷酸盐外,依次增加焦磷酸盐、三聚磷酸盐、四聚磷酸盐、五聚磷酸盐的洗脱过程,最后同样使用盐酸洗涤树脂柱,作为六聚磷酸盐及更高聚合态磷酸盐的洗脱过程。对洗脱的各聚合态磷酸盐进行相同的显色处理,采用分光光度法从预先制作的磷标准曲线上查得各聚合态的五氧化二磷含量,进而求得肥料级聚磷酸铵聚合度分布。

B.2 试验步骤

B.2.1 洗脱

吸取 10 mL 试液 (6.3.4.2) 于树脂柱上的分液漏斗中,打开交换柱活塞和分液漏斗,使试液流入树脂层。用 10 mL 0.15 mol/L 氯化钾溶液冲洗分液漏斗,再加入约 150 mL 0.15 mol/L 氯化钾溶液,控制流速 3.5~4.5 mL/min,淋洗分离正磷酸盐组分,收集于 250 mL 容量瓶中,定容,即为分离液 A;用 150 mL 0.25 mol/L 氯化钾溶液洗提分离焦磷酸盐组分,收集于 250 mL 容量瓶中,定容,即为分离液 B;用 150 mL 0.40 mol/L 氯化钾溶液洗提分离三聚磷酸盐组分,收集于 250 mL 容量瓶中,定容,即为分离液 C;用 110 mL 0.50 mol/L 氯化钾溶液洗提分离四聚磷酸盐组分,收集于 250 mL 容量瓶中,定容,即为分离液 D;用 110 mL 0.60 mol/L 氯化钾溶液洗提分离五聚磷酸盐组分,收集于 250 mL 容量瓶中,定容,即为分离液 E;用 200 mL 2 mol/L 盐酸溶液洗提分离六聚磷酸盐及更高聚合态磷酸盐组分,收集于 250 mL 容量瓶中,定容,即为分离液 F。同时使树脂柱过夜再生。

B.2.2 各聚合态聚磷酸铵含量的测定

分别吸取 5 mL 分离液 A、B、C、D、E、F 于 6 个 250 mL 具塞比色管中,各加水至 25 mL,再分别加入 10 mL 钼酸铵-硫酸溶液 (6.5.2.2.5) 和 2 mL 抗坏血酸溶液 (6.5.2.2.6),其后测定步骤同 6.5.2.4.4。

各聚合态聚磷酸铵含量以五氧化二磷含量的百分含量 w_n (n 取 1~6) 计,数值以 % 表示,按公式 (B.1) 计算:

$$w_n = \frac{\rho_n \times 50 \times (250/5) \times (250/10)}{m \times 1\,000\,000} \times 100 \quad \dots\dots (B.1)$$

式中:

ρ_n ——从工作曲线上查得的聚合度为 n 的聚磷酸铵显色液中五氧化二磷含量的数值,单位为毫克每升 (mg/L);

m ——称取试样的质量的数值,单位为克 (g)。

B.2.3 平均聚合度的计算

平均聚合度（重均聚合度）以 \bar{n} 表示，其数值按公式（B.2）计算：

$$\bar{n} = \frac{\sum_{n=1}^6 n w_n}{\sum_{n=1}^6 w_n} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中：

n ——试样中聚磷酸铵聚合度（如正磷酸盐 $n=1$ ，焦磷酸盐 $n=2$ ，六聚及以上磷酸盐 $n=6$ ）；

w_n ——试样溶液中以五氧化二磷计的聚合度为 n 的聚磷酸铵含量，以 % 表示。

计算结果表示到小数点后 2 位。

取平行测定结果的算术平均值作为测定的结果。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 0.20。

附 录 C

(资料性)

从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据

C.1 肥料级聚磷酸铵中有效磷含量测定统计结果表

见表 C.1。

表 C.1 肥料级聚磷酸铵中有效磷含量测定统计结果表

项 目	指 标				
样品编号	A	B	C	D	E
参加实验室的数目	11	11	11	11	11
可接受结果的数目	11	11	10	11	11
平均值/%	50.12	57.77	49.16	43.21	37.88
重复性标准差 (s_r)	0.079 1	0.088 6	0.076 1	0.088 4	0.097 4
重复性限 (r) ($2.8s_r$)	0.221 5	0.248 1	0.213 1	0.247 5	0.272 7
再现性标准差 (s_R)	0.255 0	0.215 9	0.122 7	0.268 2	0.298 6
再现性限 (R) ($2.8s_R$)	0.714 0	0.604 5	0.343 6	0.751 0	0.836 1

C.2 肥料级聚磷酸铵中正磷测定（离子色谱法）统计结果表

见表 C.2。

表 C.2 肥料级聚磷酸铵中正磷测定（离子色谱法）统计结果表

项 目	指 标				
样品编号	A	B	C	D	E
参加实验室的数目	10	10	10	10	10
可接受结果的数目	10	10	10	9	9
平均值/%	28.13	9.33	8.51	0.88	19.22
重复性标准差 (s_r)	0.135 0	0.143 5	0.120 3	0.043 3	0.297 6
重复性限 (r) ($2.8s_r$)	0.378 0	0.401 8	0.336 8	0.121 2	0.833 3
再现性标准差 (s_R)	0.789 3	0.546 0	0.419 4	0.117 4	0.421 1
再现性限 (R) ($2.8s_R$)	2.210 0	1.528 8	1.174 3	0.328 7	1.179 1

C.3 肥料级聚磷酸铵中正磷测定（离子交换树脂法）统计结果表

见表 C.3。

表 C.3 肥料级聚磷酸铵中正磷测定（离子交换树脂法）统计结果表

项 目	指 标				
样品编号	A	B	C	D	E
参加实验室的数目	6	6	6	6	6
可接受结果的数目	6	6	6	6	5
平均值/%	28.03	9.72	8.52	1.09	19.20
重复性标准差 (s_r)	0.046 4	0.186 4	0.179 7	0.065 7	0.134 4
重复性限 (r) ($2.8s_r$)	0.129 9	0.521 9	0.503 2	0.184 0	0.376 3
再现性标准差 (s_R)	0.729 2	0.656 1	0.637 2	0.143 2	0.126 1
再现性限 (R) ($2.8s_R$)	2.041 8	1.837 1	1.784 2	0.401 0	0.353 1