



中华人民共和国国家标准

GB/T 535—2020
代替 GB/T 535—1995

肥料级硫酸铵

Fertilizer grade ammonium sulphate

2020-11-19 发布

2021-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 535—1995《硫酸铵》，与 GB/T 535—1995 相比，除编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 将标准名称由“硫酸铵”改为“肥料级硫酸铵”，适用范围也做了相应修改（见标准名称和第 1 章，1995 年版的标准名称和第 1 章）；
- 修改了产品外观要求（见表 1，1995 年版的表 1）；
- 将产品划分由“优等品、一等品、合格品”改为“I 型、II 型”（见表 1，1995 年版的表 1）；
- 修改了氮含量指标要求（见表 1，1995 年版的表 1）；
- 增加了硫含量、氯离子含量、有毒有害物质限量指标及其检测方法（见表 1、表 2、5.4、5.8、5.9 和 5.10）；
- 增加了“取样”一章（见第 4 章）；
- 增加了产品的出厂检验项目和型式检验项目（见 6.1）；
- 增加了氮的仪器分析方法（见 A.2、A.3、A.4）。

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氮肥分技术委员会（SAC/TC 105/SC 2）归口。

本标准起草单位：上海化工研究院有限公司、山东省产品质量检验研究院、鲁西化工集团股份有限公司、山东省化肥工业总公司、山东华鲁恒升化工股份有限公司、济宁市产品质量监督检验所、上海寰球工程有限公司、聊城鲁西聚酰胺新材料科技有限公司、上海化工院检测有限公司。

本标准主要起草人：张娟、张蓉、于秀华、孙文丹、孙彩虹、杜秀明、范秀凯、张燕丽、杨易、郭平、庞玉娜、张强、刘星。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 535—1983、GB/T 535—1995。



肥料级硫酸铵

1 范围

本标准规定了肥料级硫酸铵的技术要求、取样、试验方法、检验规则、标识和质量证明书、包装、运输和贮存。

本标准适用于由合成氨与硫酸中和所制得的硫酸铵,炼焦、氨回收、尿素、己内酰胺以及丙烯腈副产、氨法脱硫或其他脱硫法所制得的副产硫酸铵。

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/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/T 8569 固体化学肥料包装

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 24890 复混肥料中氯离子含量的测定

GB/T 29400 化肥中微量阴离子的测定 离子色谱法

GB/T 32952 肥料中多环芳烃含量的测定 气相色谱-质谱法

GB/T 32954 肥料中氟化物的测定 离子选择性电极法

GB 38400 肥料中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 1117 水溶肥料 钙、镁、硫、氯含量的测定

NY/T 1978 肥料 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定

NY/T 2542 肥料 总氮含量的测定

3 技术要求

3.1 外观

白色或灰白色,粉末或结晶状,无可见机械杂质。

3.2 技术指标

应符合表 1 的要求,同时应符合包装容器上的标明值。

表 1 肥料级硫酸铵的技术指标要求

项目	指标	
	I 型	II 型
氮(N)/%	≥ 20.5	19.0
硫(S)/%	≥ 24.0	21.0
游离酸(H ₂ SO ₄)/%	≤ 0.05	0.20
水分(H ₂ O)/%	≤ 0.5	2.0
水不溶物/%	≤ 0.5	2.0
氯离子(Cl ⁻)/%	≤ 1.0	2.0

3.3 有毒有害物质的限量要求

应符合表 2 的要求。

表 2 肥料级硫酸铵的有毒有害物质限量要求

项 目 ^a	指 标
氟化物(以 F 计)/(mg/kg)	≤ 500
硫氰酸根离子/(mg/kg)	≤ 1 000
汞(Hg)(以元素计)/(mg/kg)	≤ 5
砷(As)(以元素计)/(mg/kg)	≤ 10
镉(Cd)(以元素计)/(mg/kg)	≤ 10
铅(Pb)(以元素计)/(mg/kg)	≤ 50
铬(Cr)(以元素计)/(mg/kg)	≤ 50
多环芳烃总量 ^b /(mg/kg)	≤ 1.0
^a 其他有毒有害物质的限量执行 GB 38400。 ^b 多环芳烃总量指苯、萘、苊、芘、菲、蒽、荧蒽、苝、苯并[<i>a</i>]蒽、屈、苯并[<i>b</i>]荧蒽、苯并[<i>k</i>]蒽、苯并[<i>a</i>]苝、二苯并[<i>a,h</i>]蒽、苯并[<i>g,h,i</i>]苝和茚并[1,2,3- <i>cd</i>]苝共计 16 种物质总和。	

4 取样

4.1 合并样品的采取

4.1.1 袋装样品

4.1.1.1 每批产品总袋数不超过 512 袋时,按表 3 确定最少取样袋数;总袋数超过 512 袋时,按式(1)计算结果确定最少取样袋数,计算结果如遇小数,则进为整数。

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (1)$$

式中:
n ——最少取样袋数;

N ——每批产品总袋数。

4.1.1.2 取样时,用取样器从袋口一边斜插至对边袋深的 3/4 处采取均匀样品,每袋采取样品不少于 0.1 kg 样品,合并样品的总量不得少于 2 kg。

表 3 最少取样袋数的确定

每批产品总袋数	最少取样袋数	每批产品总袋数	最少取样袋数
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		

4.1.2 散装样品

按 GB/T 6679 规定进行。也可用自动取样器、勺子或其他合适的工具,从皮带运输机上随机或按一定的时间间隔采取截面样品,每批所取的合并样品总量不得少于 2 kg。

4.2 样品缩分

将所采取的合并样品迅速混匀,用缩分器或四分法,缩分至约 1 kg,再缩分成两份,分装于两个洁净、干燥的具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中,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、取样日期和取样人姓名,一瓶作产品检验,另一瓶保存至少两个月,以备查用。

5 试验方法

5.1 一般规定

本标准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 规定的三级水。所有溶液在没有标明配制方法时,均按 HG/T 2843 规定执行。除外观外,均做两份试料的平行测定。

5.2 外观检验

目视法。

5.3 氮含量的测定

按附录 A 规定的方法测定。

5.4 硫含量的测定

按 NY/T 1117 规定的方法测定。

5.5 游离酸含量的测定

按附录 B 规定的方法测定。

5.6 水分含量的测定

按附录 C 规定的方法测定。

5.7 水不溶物含量的测定

按附录 D 规定的方法测定。

5.8 氯离子含量的测定

5.8.1 方法一 离子色谱仪法(仲裁法)

称取试样约 0.1 g (精确至 0.000 2 g),置于 50 mL 容量瓶中,加水至近 50 mL,摇匀,放置片刻,用水定容至刻度,摇匀。取上清液 10 mL,过 0.22 μm 水相滤膜,待净化。

用 10 mL 超纯水活化钡(Ba)离子过滤柱,放置 10 min,充分平衡后,取上述 10 mL 滤液,缓慢推入钡(Ba)离子过滤柱,控制液体流速不超过 2 mL/min,弃去前 2 mL~3 mL,剩余 6 mL~7 mL 液体为待测试样溶液。然后按 GB/T 29400 规定的方法测定。

5.8.2 方法二 佛尔哈德法

按 GB/T 24890 规定的方法测定。

5.8.3 方法三 自动电位滴定法

按 NY/T 1117 规定的方法测定。

5.9 氟化物含量的测定

5.9.1 方法一 离子色谱仪法(仲裁法)

按 5.8.1 步骤进行测定。

5.9.2 方法二 离子选择性电极法

按 GB/T 32954 规定的方法测定。



5.10 硫氰酸根离子含量的测定

按 5.8.1 步骤进行测定。

5.11 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定

按 NY/T 1978 规定的方法测定。

5.12 多环芳烃总量的测定

按 GB/T 32952 规定的方法测定。

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验。出厂检验项目为外观、氮含量、游离酸含量和水分。型式检验包括全部检验项目,有下列情况之一时进行型式检验:

- 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,定期或积累到一定量后进行,硫含量、水不溶物含量、氯离子含量和表 2 中的项目每六个月至少检验一次,其他有毒有害物质含量每两年至少检验一次;
- 长期停产后恢复生产时;
- 政府监管部门提出型式检验要求时。

6.2 组批

产品按批检验,最大批量为 150 t 或 1 天的产量。

6.3 结果判定

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

6.3.2 生产企业应按本标准要求进行出厂检验和型式检验。检验项目全部符合本标准要求时,判该批产品合格。

6.3.3 生产企业进行的出厂检验或型式检验结果中,如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自同批次两倍量的包装容器中采取样品进行检验,重新检验结果中,只要有一项指标不符合本标准要求,即判该批产品不合格。

7 标识和质量证明书

7.1 包装上应有牢固、清晰的标志,内容包括生产企业名称、地址、产品名称、产品类型、主要养分含量、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

7.2 若在产品包装上标明本标准要求之外的肥料添加物,应在包装容器上标明添加物名称、作用、含量及相应的检测方法标准。

7.3 养分含量的标注应以总物料为基础标注,不得将包装容器内的物料拆分分别标注。

7.4 每袋净含量应标明单一数值,如 50 kg。

7.5 每批检验合格的出厂的产品都应附有质量证明书,其内容包括生产企业名称、地址、产品名称、产品类型、主要养分含量、批号或生产日期、净含量和本标准编号。非出厂检验项目标注最近一次型式检验时的检测结果。

7.6 其余按 GB 18382 的规定执行。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品用符合 GB/T 8569 规定的材料进行包装。每袋净含量允许范围分别为 (50 ± 0.5) kg、 (40 ± 0.4) kg、 (25 ± 0.25) 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。也可使用供需双方合同约定的其他包装规格。

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,不应以小包装形式放入包装袋中。

8.3 产品在运输过程中应防潮、防晒和防包装袋破损。

8.4 产品应贮存在阴凉、通风、干燥的仓库内,严禁与石灰、水泥等碱性物质接触或同库存放。

附 录 A
(规范性附录)
肥料级硫酸铵中氮含量的测定

A.1 方法一 蒸馏后滴定法(仲裁法)

A.1.1 原理

硫酸铵在碱性溶液中蒸馏出的氨,用过量的硫酸标准滴定溶液吸收,在指示剂存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液回滴过量的硫酸。

A.1.2 试剂或材料

A.1.2.1 氢氧化钠溶液:450 g/L。

A.1.2.2 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{ mol/L}$ 。

A.1.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$ 。

A.1.2.4 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

A.1.2.5 广泛 pH 试纸。



A.1.2.6 硅脂。

A.1.3 仪器设备

A.1.3.1 实验室常用仪器和设备

A.1.3.2 蒸馏仪器

带标准磨口的成套仪器或能保证定量蒸馏和吸收的任何仪器。蒸馏仪器的各部件用橡皮塞和橡皮管连接,或采用球形磨砂玻璃接头,为保证系统密封,球形玻璃接头应用弹簧夹子夹紧。推荐使用的蒸馏仪器如图 A.1 所示,包括以下各部分:

- a) 蒸馏瓶(A):容积为 1 L;
- b) 防溅球管(B):平行的插入滴液漏斗(C);
- c) 滴液漏斗(C):容积为 50 mL;
- d) 直形冷凝管(D):有效长度约 400 mm;
- e) 吸收瓶(E):容积为 500 mL,瓶侧连接双连球。

A.1.3.3 防暴沸石或防溅棒

后者为一根长 100 mm,直径 5 mm 玻璃棒接上一根长 25 mm 聚乙烯管。

A.1.3.4 蒸馏加热装置

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。

A.1.4 试验步骤

A.1.4.1 试样溶液的制备

称取 10 g 试样,精确至 0.001 g,溶于少量水中,转移至 500 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

A.1.4.2 蒸馏

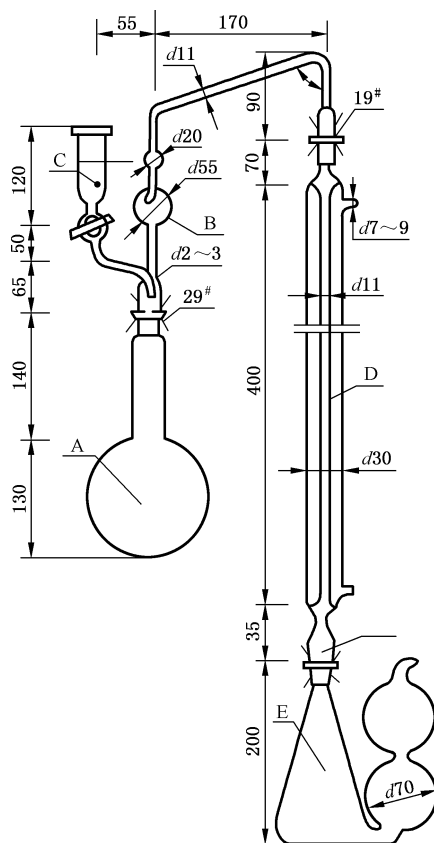
从量瓶(A.1.4.1)中吸取 50.0 mL 试液于蒸馏瓶(A)中,加入约 350 mL 水和几粒防暴沸石(或防溅棒,将聚乙烯管接触烧瓶底部)。

用单标线吸管加入 50 mL 硫酸标准滴定溶液于吸收瓶(E)中,并加入 80 mL 水和 5 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

用硅脂涂抹仪器接口,按图 A.1 安装蒸馏仪器,并确保仪器所有部分密封。

通过滴液漏斗(C)往蒸馏瓶(A)中注入氢氧化钠溶液(A.1.2.1)20 mL,注意滴液漏斗中至少留有几毫升溶液。加热蒸馏,直至吸收瓶(E)中的收集量达到 250 mL~300 mL 时停止加热,打开滴液漏斗(C),拆下防溅球管(B),用水冲洗冷凝管(D),并将洗涤液收集在吸收瓶(E)中,拆下吸收瓶(E)。

单位为毫米



- 标引序号说明:
- A —— 蒸馏瓶;
 - B —— 防溅球管;
 - C —— 滴液漏斗;
 - D —— 直形冷凝管;
 - E —— 吸收瓶。

图 A.1 蒸馏装置

A.1.4.3 滴定

将吸收瓶(E)中溶液混匀,用氢氧化钠标准滴定溶液(A.1.2.3)回滴过量的硫酸标准滴定溶液,直至呈灰绿色为终点。

A.1.4.4 空白试验

在测定的同时,除不加试样外,按 A.1.4.1~A.1.4.3 完全相同的分析步骤、试剂和用量进行平行测定。

A.1.5 试验数据处理

氮含量 w ,以氮(N)的质量分数计,数值以 %表示,按式(A.1)计算:

$$w = \frac{c(V_2 - V_1) \times 0.014\ 01}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——测定时,使用氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

0.014 01 ——氮的毫摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

m ——试样质量的数值,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为测定结果。

A.1.6 精密度

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.10%。

不同实验室测定结果的绝对差值应不大于 0.20%。

A.2 方法二 定氮仪法

按 GB/T 22923 的规定进行。

A.3 方法三 自动分析仪法

按 GB/T 22923 的规定进行。

A.4 方法四 杜马斯燃烧法

按 NY/T 2542 的规定进行。

附 录 B

(规范性附录)

肥料级硫酸铵中游离酸含量的测定——酸碱滴定法

B.1 原理

试样溶液中的游离酸,在指示剂存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

B.2 试剂或材料

B.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

B.2.2 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$ 。

B.2.3 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

B.2.4 水:在 1 000 mL 水中,加 2 滴~3 滴指示剂溶液(B.2.3),如溶液不呈灰绿色,则用氢氧化钠标准滴定溶液(B.2.1)或盐酸溶液(B.2.2),调节至溶液呈灰绿色(或 pH 计指示值在 5.4~5.6 之间)。

B.3 仪器设备

B.3.1 通常实验室用仪器。

B.3.2 微量滴定管:5 mL,分度值 0.02 mL。

B.3.3 pH 计:灵敏度为 0.01 pH 单位。

B.4 试验步骤

B.4.1 称取 10 g 试样(精确至 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水(B.2.4)溶解。如果溶液浑浊,可用中速滤纸过滤,用水(B.2.4)洗涤烧杯和滤纸,收集滤液于 250 mL 的锥形瓶中。

B.4.2 加 1 滴~2 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液于滤液中,用氢氧化钠标准滴定溶液(B.2.1)滴定至灰绿色为终点。若试液有色,终点难以观察,也可滴定至 pH 计指示值 5.4~5.6 为终点。

B.5 试验数据处理

游离酸含量 w ,以硫酸(H_2SO_4)质量分数计,数值以%表示,按式(B.1)计算:

$$w = \frac{cV \times 0.0490}{m} \times 100 = \frac{cV \times 4.90}{m} \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——使用氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

0.049 0 ——硫酸的毫摩尔质量数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后三位,取平行测定结果的算术平均数为测定结果。

B.6 精密度

当游离酸含量小于等于 0.05% 时,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.005%,不同实验室测定结果的绝对差值应不大于 0.010%。

当游离酸含量大于 0.05% 时,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.010%,不同实验室测定结果的绝对差值应不大于 0.020%。



附 录 C

(规范性附录)

肥料级硫酸铵中水分含量的测定——烘箱法

C.1 原理

在一定温度的电热恒温干燥箱内,将试样烘干至恒重,然后测定试样减少的质量。本方法适用于所取试样中水分质量不小于 0.001 g。

C.2 仪器设备

C.2.1 通常实验室用仪器。

C.2.2 带盖磨口称量瓶:直径 50 mm,高 30 mm。

C.2.3 电热恒温干燥箱:温度可控制在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

C.3 试验步骤

称取 5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于预先在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的称量瓶(C.2.2)中,将称量瓶盖稍微打开,在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的温度中干燥 30 min 后,取出称量瓶,盖上盖子,在干燥器中冷却至室温称量,重复操作,直至恒重。取最后一次测量值作为测定结果。

C.4 试验数据处理

水分含量 w ,以水(H_2O)的质量分数计,数值以%表示,按式(C.1)计算:

$$w = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{C.1})$$

式中:

m ——干燥前试样质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——干燥后试样质量的数值,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为测定结果。

C.5 精密度

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05%。

附 录 D

(规范性附录)

肥料级硫酸铵中水不溶物含量的测定

D.1 原理

用水溶解试样,将不溶物滤出,用水洗涤残渣,使之与样品主体完全分离,干燥后称量水不溶物质量。本方法适用于试样中水不溶物含量不小于 0.001 g。

D.2 试剂或材料

氯化钡溶液:250 g/L。

D.3 仪器设备

D.3.1 通常实验室用仪器。

D.3.2 玻璃坩埚式滤器:4号,容积 30 mL。用于测定水不溶物的玻璃坩埚式过滤器,用毕后,放入热的硫酸-重铬酸钾洗液中,待水不溶物残渣溶解后,取出用水洗净,干燥备用。

D.3.3 减压抽滤装置。

D.3.4 电热恒温干燥箱:温度可控制在 $(110\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 。

D.4 试验步骤

D.4.1 试液制备

称取 100 g 试样(精确至 0.01 g),置于 1 000 mL 烧杯中,加入 500 mL 水溶解,保持温度 $20^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$ 。

D.4.2 测定

用预先在 $(110\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重的玻璃坩埚式滤器过滤试液,用水充分洗涤坩埚及烧杯,直至用氯化钡溶液检验洗涤水中没有白色沉淀为止。将带有残渣的玻璃坩埚式滤器置于 $(110\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 干燥箱内干燥 1 h,取出移入干燥器内,冷却至室温,称重。重复操作,直至两次连续称量之差不大于 0.001 g 为止。记录最后一次测量值。

D.5 试验数据处理

水不溶物含量 w ,以质量分数计,数值以%表示,按式(D.1)计算:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{D.1})$$

式中:

m_1 ——干燥后残渣和坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——坩埚质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后两位,取平行测定结果的平均值为测定结果。

D.6 精密度

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.03%。

不同实验室测定结果的绝对差值应不大于 0.06%。

