

中国化工环保协会

中化环协函[2019]20号

关于征求《染料副产硫酸铵(征求意见稿)》 行业标准意见的函

各有关单位：

根据工业和信息化部科技司 2016 年下发的《2016 年第二批行业标准制修订计划》(工信厅科〔2016〕110 号)要求，我会承担了《染料副产硫酸铵》(2016-0460T-HG)标准的编制工作。按照标准制修订工作程序，我会已组织完成标准征求意见稿(征求意见稿及编制说明详见附件 1)，现公开征求意见。请您单位认真研究，提出书面意见，并于 2019 年 9 月 30 日前将标准意见反馈表(附件 2)以电子邮件的形式反馈至我会。

联系人：徐晓莉

联系电话：010-84885718

传 真：010-84885227

邮 箱：hb_cpcif@163.com

附件：

- 1、《染料副产硫酸铵(征求意见稿)》及编制说明
- 2、意见反馈表

中国化工环保协会
2019年8月27日

ICS 71.100.01; 87.060.10

G56

备案号:

HG/T XXXX—XXXX

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

染料副产硫酸铵

Dyes by-product: Ammonium Sulphate

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由中国化工环保协会归口。

本标准起草单位：浙江吉华集团股份有限公司、浙江闰土股份有限公司、浙江龙盛集团股份有限公司、江苏亚邦染料股份有限公司

本标准主要起草人：

本部分首次发布。

染料副产硫酸铵

1 范围

本标准规定了染料副产硫酸铵的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于染料和染料中间体生产过程中产生的含硫酸废水经净化、氨中和、浓缩、结晶、过滤等过程制备的硫酸铵产品。产品主要用作复混肥生产的原料和染料助染剂、稀土提炼等工业用途。不得直接施肥或用于食品、饲料等领域。

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 535-1995 硫酸铵

GB/T 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 2381-2013 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

GB/T 2386-2014 染料及染料中间体 水分的测定

GB/T 6678-2003 化工产品采样总则

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 23349-2009 肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标

GB/T 24164-2009 染料产品中多氯苯的测定

GB/T 24167-2009 染料产品中氯化甲苯的测定

GB/T 32952-2016 肥料中多环芳烃含量的测定 气相色谱-质谱法

HJ 501-2009 水质总有机碳的测定 燃烧氧化-非分散红外吸收法

3 要求

3.1 硫酸铵产品质量应符合表1的要求。

表1 硫酸铵产品的要求

序号	项 目	指 标
1	外观	白色或灰白色粒状或粉末状，无可见机械杂质
2	氮（N）含量；%	≥20.5
3	水分含量；%	≤1.0
4	水不溶物含量；%	≤0.05
5	游离酸（以H ₂ SO ₄ 计）含量；%	≤0.03

6	总有机碳含量 (TOC) ; mg/kg	≤300
7	多环芳烃总量 ^a ; mg/kg	≤1.0
8	多氯苯与氯化甲苯总量 ^b ; mg/kg	≤1.0
9	重金属元素; mg/kg	符合 GB/T 23349-2009 的要求
<p>a: 多环芳烃总量指萘、蒽、苊、芴、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并[a]蒽、屈、苯并[b]荧蒽、苯并[k]蒽、苯并[a]芘、二苯并[a,h]蒽、苯并[g,h,i]芘和茚并[1,2,3-cd]芘共计 16 种物质总和;</p> <p>b: 多氯苯与氯化甲苯指: 二氯苯、三氯苯、四氯苯、五氯苯、六氯苯、一氯甲苯、二氯甲苯、三氯甲苯、四氯甲苯、五氯甲苯。</p>		

4 采样

以生产企业用相同材料、相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的副产硫酸铵为一批。每批采样数应符合 GB/T6678-2003 中 7.6 的规定。所采样品的包装应完好,采样时勿使外界杂质落入产品中。采样时用不锈钢质探管从桶的上、中、下三部分取样,所取样品总量不得少于 200 g。将所取样品充分混匀后,分装于两个清洁干燥的磨口瓶中,用石蜡密封,瓶上粘贴标签。标签上注明:生产单位名称、产品名称、批号、取样日期、地点。一瓶供检验,一瓶保存备查。

5 试验方法

5.1 一般规定

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T6682-2008 中规定的三级水;所有滴定分析用标准溶液按 GB/T 601 配制和标定;所有杂质测定用标准溶液按 GB/T 602 配制;所有试验方法中所用制剂及制品按 GB/T 603 配制。检验结果的判定按 GB/T8170-2008 中的 4.3.3 修约值进行。

5.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

5.3 氮含量的测定

按 GB/T535-1995 标准中第 4.3 条款 甲醛法的规定进行。

5.4 水分的测定

按 GB/T2386-2014 中 3.2 烘干法的规定进行。

5.5 水不溶物的测定

按 GB/T 2381-2013 的规定进行。

5.6 游离酸含量的测定

按 GB/T535-1995 标准中 4.5 游离酸含量的测定 容量法的规定进行。

5.7 总有机碳含量 (TOC) 的测定

按 HJ 501-2009 水质总有机碳的测定 燃烧氧化-非分散红外吸收法中第 3.2 条款的规定进行。

5.8 多环芳烃的测定

按 GB/T 32952-2016 的规定进行。

5.9 多氯苯类与氯化甲苯类的测定

按 GB/T 24164-2009和GB/T24167-2009的规定进行。

5.10 重金属元素的测定

按GB/T 23349-2009的规定进行。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准所列的检验项目均为型式检验项目。其中本标准表 1 中 1~6 项为出厂检验项目，应逐批进行检验。在正常连续生产情况下，每 6 个月进行一次型式检验。但如有下述情况需进行型式检验：

- a) 总有机碳含量（TOC）超标时；
- b) 产品更换大于 5 个或以上时；
- c) 生产配方、工艺及原材料有较大改变时；
- d) 停产三个月后又恢复生产时；
- e) 客户提出要求时。

6.2 判定规则

6.2.1 生产厂应保证所有出厂的产品都符合标准要求。

6.2.2 如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求时，应重新自两倍量的包装中取样进行检验，重新检验的结果，即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批产品不能验收。

7 包装、标志、运输、贮存

7.1 副产硫酸铵包装袋上应涂有牢固、清晰的标志，内容包括：生产单位名称、产品名称（注明：染料副产硫酸铵）、商标、产品标准号、批号、生产日期、毛重和净重。

7.2 产品采用内衬塑料袋的编织袋作为包装，并加密封和封印。每件重量按客户要求而定，其他包装可与用户协商确定。

7.3 产品在运输过程中应防止倒置，小心轻放，避免碰撞，切勿损坏包装。

7.4 产品应贮存于阴凉、干燥、通风的库房内，谨防受潮受热。

化 工 行 业 标 准

《染料副产硫酸铵》

编制说明

（征求意见稿）

《染料副产硫酸铵》起草小组

2019年7月15日

目 录

1 任务来源	1
2 产品概况	1
2.1 产品性质	1
2.2 主要用途	2
2.3 硫酸铵市场概况	2
3 工作过程	4
3.1 协作单位	4
3.2 工作过程	4
4 标准制定原则和内容	5
4.1 制定原则	5
4.2 编写格式	6
4.3 制标基础	6
4.3 指标项目的设定	7
4.4 试验方法及指标的设定	7
4.5 采样	9
4.6 检验分类	9
4.7 标志、标签、包装、运输、贮存	9
4.8 标准属性	9
4.9 标准质量要求	9
5 方法验证	10
5.1 分析方法的确定	10
5.2 分析方法验证	11
5.3 企业台账方法验证	12

《染料副产硫酸铵》标准编制说明

1 任务来源

硫酸铵，简称硫铵，可作为工业原料及化肥使用，最初以氨和硫酸为原料直接合成，生产工艺简单，是世界也是中国最早的氮肥品种之一。随着碳铵、尿素等肥料的发展，用硫酸和氨直接合成的生产工艺由于成本高而不再用于工业生产，硫酸铵市场逐渐被焦化、化工、氨法脱硫等行业的副产硫酸铵所代替。目前，世界上的硫酸铵产品主要来自工业副产，包括焦化行业、化工己内酰胺等。硫酸铵作为肥料使用约占其总消费量的 90% 以上。

进入 21 世纪以来，随着世界染料行业生产格局逐渐由欧美等发达国家转移至发展中国家，我国已成为世界染料制造第一大国。但随着我国染料行业的快速发展，染料生产废水处理及资源化回收问题已成为制约行业发展的主要问题，随着国家环境保护要求的不断提高，加快推进染料含酸废水的治理已成为行业最为紧迫的任务。由于染料含酸废水具有高酸度、高色度、高 COD 等特点，企业传统做法是加入石灰进行中和，这就产生了大量的含有有机物的硫酸钙废渣，作为危险废物管理造成企业处理处置成本高，环境风险较大。为加快解决这一问题，近几年，国内各大染料生产企业纷纷针对染料含酸废水的高酸度、高色度、高 COD 等特点进行积极探索，加快产学研合作，对染料含酸废水及生产废水采取各具特色的技术路线，最为环保、有效的技术手段是将含酸废水中的物质加以回收利用，制备硫酸铵、氯化铵等一系列副产品，实现废物资源化。为切实解决这一问题，中国石油和化学工业联合会经认真研究，决定启动染料生产废水综合利用制备副产硫酸铵产品的标准制定工作，通过标准规范产品质量，严格控制有关有毒有害物质指标，为实现染料副产硫酸铵资源化利用，打好技术标准基础。

根据工业和信息化部科技司 2016 年下发的《2016 年第二批行业标准制修订计划》（工信厅科〔2016〕110 号）要求，由中国化工环保协会、浙江吉华集团股份有限公司负责起草的《染料副产硫酸铵》行业标准，技术归口单位为中国化工环保协会。标准申报号：2016-0460T-HG。

2 产品概况

2.1 产品性质

产品名称：硫酸铵。

分子式： $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ，相对分子量 132.14。

产品性质：硫酸铵，无色结晶或白色颗粒。无气味。280℃ 以上分解。水中溶解度：0℃ 时 70.6g，100℃ 时 103.8g。不溶于乙醇和丙酮。0.1mol/L 水溶液的 pH 为 5.5。相对密度 1.77。折光率 1.521。

2.2 主要用途

目前硫酸铵在国内只有约 20 万吨用作工业原料，如稀土提炼、化工品生产等，其余都用作复混肥生产的原料，较少用于直接施肥。

作为复混肥生产的原料，硫酸铵与其它氮肥具有相互替代性，因此，每年的消费量也有所波动，近年来肥料领域，硫酸铵平均消费量约 160-180 万吨/年。

2.3 硫酸铵市场概况

2.3.1 国内生产情况

2016 年中国硫酸铵生产能力约为 965 万吨，产量为 670 万吨。其中烟气脱硫副产约 150 万吨，己内酰胺副产约 288 万吨，焦炭行业副产约 190 万吨，此外还有化工产品（如甲基丙烯酸甲酯、丙烯腈、农药、医药等）副产约 42 万吨。近年来，国内硫酸铵生产情况见表 2-1。

表 2-1 近年国内硫酸铵生产量 单位：万吨/年

年份	总产能	产量					开工率（%）
		总产量	氨法脱硫副产	己内酰胺副产	焦炉气回收副产	其他化工产品副产	
2011	412	359	38	107	183	31	87.1
2012	548	420	51	150	187	32	76.6
2013	737	500	77	188	203	32	67.8
2014	838	577	106	235	203	33	70.2
2015	947	649	129	280	202	38	68.5
2016	965	670	150	288	190	42	69.4

2016 年硫酸铵的生产企业有三百多家，传统的己内酰胺生产企业依然是硫酸铵生产大户。

2016 年，我国硫酸铵表观消费量 168 万吨，按 90%作为氮肥计，折纯后不到氮肥总消费量的 1%。硫酸铵所用的液氨主要来自氮肥厂，副产的硫酸铵又回到肥料行业。因此，硫酸铵的总量变化不影响我国氮肥的供需平衡，只是对产品结构略有影响。

近几年硫酸铵供需平衡分析见表 2-2。

表 2-2 近年国内硫酸铵供需平衡 单位：万吨/年

年份	产能	产量	进口量	出口量	表观消费量
2010	375	319	0	121	198
2011	412	359	0	181	178
2012	548	420	0.01	238	182
2013	737	500	0.01	292	208
2014	838	577	0.01	416	161

2015	947	649	0.01	528	121
2016	965	670	0.01	502	168

由于多种同养分肥料间具有可相互替代性，因此，硫酸铵的市场潜力非常大。如我国氯化铵产量约 1300 万吨，而硫酸铵的肥料优于氯化铵，完全可替代氯化铵。因此，我国 2/3 的硫酸铵出口，但氯化铵出口相对较少。

预计未来五年内出口量还会继续增加，加上我国化肥复合化率的不断提高及硫酸铵部分替代氯化铵的趋势，国内硫铵需求量也会同步增长。

2.3.2 进出口情况

2015 年全球硫酸铵产量 1660 万吨，贸易量 1120 万吨，贸易量占产量的六成以上，非常可观。东南亚、美国、中南美、西欧是主要的硫酸铵消费区。

我国的硫酸铵进出口情况见表 2-3。

表 2-3 近年我国硫酸铵进出口情况

年度	进口数量/kg	进口/美元	出口数量/t	出口/美元	平均出口单价 美元/吨
2010	0	0	1,214,193	148,738,043	122
2011	0	0	1,813,687	352,054,783	194
2012	123,147	165,125	2,383,002	509,497,486	214
2013	57,917	297,577	2,918,879	463,524,387	159
2014	74,062	430,340	4,158,659	526,103,248	127
2015	119,225	377,918	5,284,159	703,640,508	133
2016	130,389	388,026	5,023,284	563,474,711	112

近年来，我国硫铵基本没有进口，2010-2018 年出口量则逐年增长，2016 年虽有回落，但仍突破 500 万吨/年。从价格上看，出口价格近两年来在 110 美元/吨上下，合人民币 750 元/吨以上，在 2011-2012 年，硫酸铵出口价格达到 200 美元/吨，这有力地提升了国内硫酸铵的价格。

2.3.3 消费政策导向

副产硫酸铵减免增值税。根据财政部和国家税务总局《关于印发〈资源综合利用产品和劳务增值税优惠目录〉的通知》（财税[2015]78 号），燃煤发电厂及各类工业企业生产过程中产生的烟气副产硫酸铵实行增值税 50%即征即返政策。

硫酸铵是少数出口无关税的农业用肥之一。根据国务院决定，自 2008 年 12 月 1 日起，调整征收出口关税，取消部分产品的出口关税或特别出口关税，其中包括硫酸铵，这也是硫酸铵出口量高的主要原因之一。根据《国务院关税税则委员会关于 2017 年关税调整方

案的通知》（税委会[2016]31号），2017年硫酸铵出口仍无关税。

3 工作过程

3.1 协作单位

目前国内对染料废水进行资源化回收制备副产硫酸铵的主要生产厂家有浙江吉华集团股份有限公司、浙江龙盛集团股份有限公司、浙江闰土股份有限公司、江苏亚邦染料股份有限公司、浙江万丰化工有限公司、浙江博澳染料工业有限公司、江苏之江化工有限公司、浙江山峪染料化工有限公司、上海安诺其集团股份有限公司等。

经深入调研和广泛沟通交流，在标准归口管理单位中国化工环保协会的组织协调下，负责起草单位浙江吉华集团股份有限公司、浙江龙盛集团股份有限公司、浙江闰土股份有限公司、江苏亚邦染料股份有限公司等4家公司参加起草工作，共同成立标准编制工作组。

3.2 工作过程

3.2.1 行业标准制定启动会议

2016年10月25日，在杭州萧山召开了编制组第一次全体会议。会议上确定了参与编制单位及人员、技术路线、任务分工、时间进度等问题。

1) 采取的技术路线如下图1:

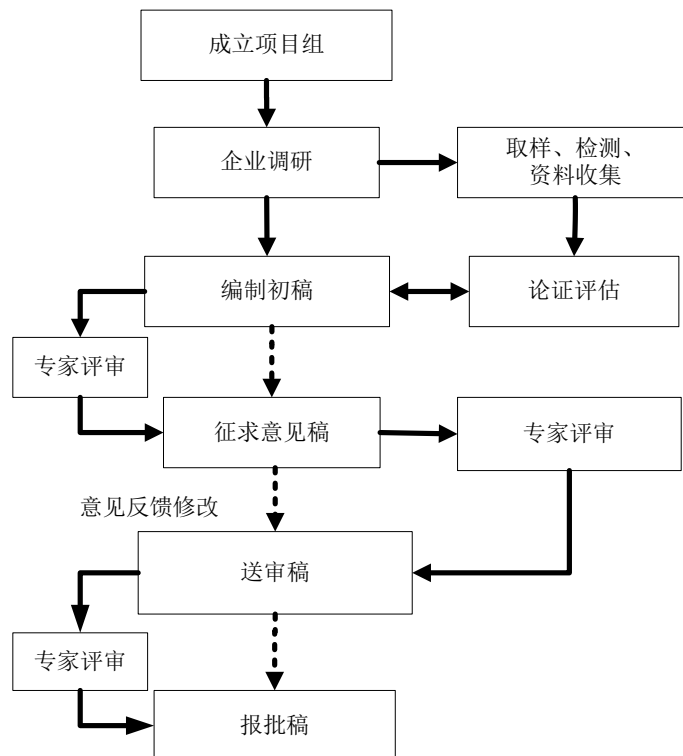


图 1：技术路线图

2) 任务分工

单位	主要工作
中国化工环保协会	指导建立标准构架，确定方案，审校标准等
浙江吉华集团股份有限公司	起草标准草案，协调标准制定、资料收集、试验验证、审校标准等工作
浙江龙盛集团股份有限公司	参加起草，负责样品收集，组织、参加试验验证、审校标准等
浙江闰土股份有限公司	参加起草，负责样品收集，组织、参加试验验证、审校标准等
江苏亚邦染料股份有限公司	参加起草，负责样品收集，组织、参加试验验证、审校标准等

3) 时间进度

2016年10月25日，在北京召开了标准启动会，会议上确定了参与编制单位及人员、技术路线、任务分工、时间进度等问题。

2016年11月~2017年3月，对国内主要的染料副产硫酸铵生产企业进行了函调和现场调研。

2017年5月底前，编制完成标准和编制说明初稿。

2017年7月中旬，编制组对标准初稿进行讨论，研究确定标准主要参数设置和检测方案。

2017年11月底前，企业自行检测，收集行业的数据，补充完善标准初稿。

2018年5月底前，为验证检测方法和参数含量，联系第三方检测机构进行检测，出具检测报告。

2018年12月底前，根据检测数据补充完善征求意见稿初稿，并对该初稿召开专家讨论会。

4 标准制定原则和内容

4.1 制定原则

依据《中华人民共和国标准化法》第九条、第十条、第十一条“制定标准应当有利于合理利用国家资源，推广科学技术成果，提高经济效益，并符合使用要求；有利于产品的通用互换，做到技术上先进，经济上合理；制定标准应做到有关标准的协调配套；制定标准应当有利于促进对外经济技术合作和对外贸易”的精神制定本标准。

同时在标准制定过程中，相关指标的设定遵循两个原则：一是保障环境安全，核心就是通过严格控制染料副产硫酸铵有关有毒有害物质的含量，防止产品使用后对环境造成影响；二是指标设定突出行业特点，重点关注产品中可能残留的有毒有害物质的指标，实现安全环保与技术可行性、经济性相统一。

4.2 编写格式

本标准在编写格式上按照 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》给出的规则起草。

4.3 制标基础

4.3.1 范围

本标准规定了染料副产硫酸铵的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于染料和染料中间体生产过程中产生的含硫酸废水经净化、氨中和、浓缩、结晶、过滤等过程制备的硫酸铵产品。产品主要用作复混肥生产的原料和染料助染剂、稀土提炼等工业用途。不得直接施肥或用于食品、饲料等领域。

4.3.2 技术要求

中国是染料大国，拥有染料生产企业上千家，年产量居世界第一位，年生产染料能力达到 100 万吨左右，其中采用硫酸法生产的染料生产量在 50 万吨/年。在染料生产过程中，重氮化、偶合时常常要用到硫酸，最终会产生大量的酸性废水，含酸量 10% 左右。目前，各大染料生产企业均尝试对染料废水进行综合反应制备硫酸盐，其中副产以硫酸铵为主。每生产 1 吨染料产生的废水处理后可以生产的硫酸铵量在 400kg 左右，年副产硫酸铵能够达到 20 万吨左右。

根据染料生产废水特点，各生产企业纷纷开发回收硫酸铵工艺，制备工艺方面略有差异，工艺主体大致类似，主要工艺流程如下图 2：

含酸废水通过二级活性炭吸附处理，去除有机物和焦油物。

二级活性炭吸附处理后废水与液氨进行中和，并处理在中性条件下溶解度较低的有机物，降低废水中的有机物残留。

脱色中和后的废水通过三级活性炭塔筒处理，通过活性炭拦截和吸附中性废水中的残留焦油物和有机物。

通过上述步骤，得到硫酸铵水溶液，通过 MVR 浓缩过滤后（离心分离得到结晶含酸废水循环利用，可用于含酸废水套用和浓缩结晶）得到合格的硫酸铵成品。

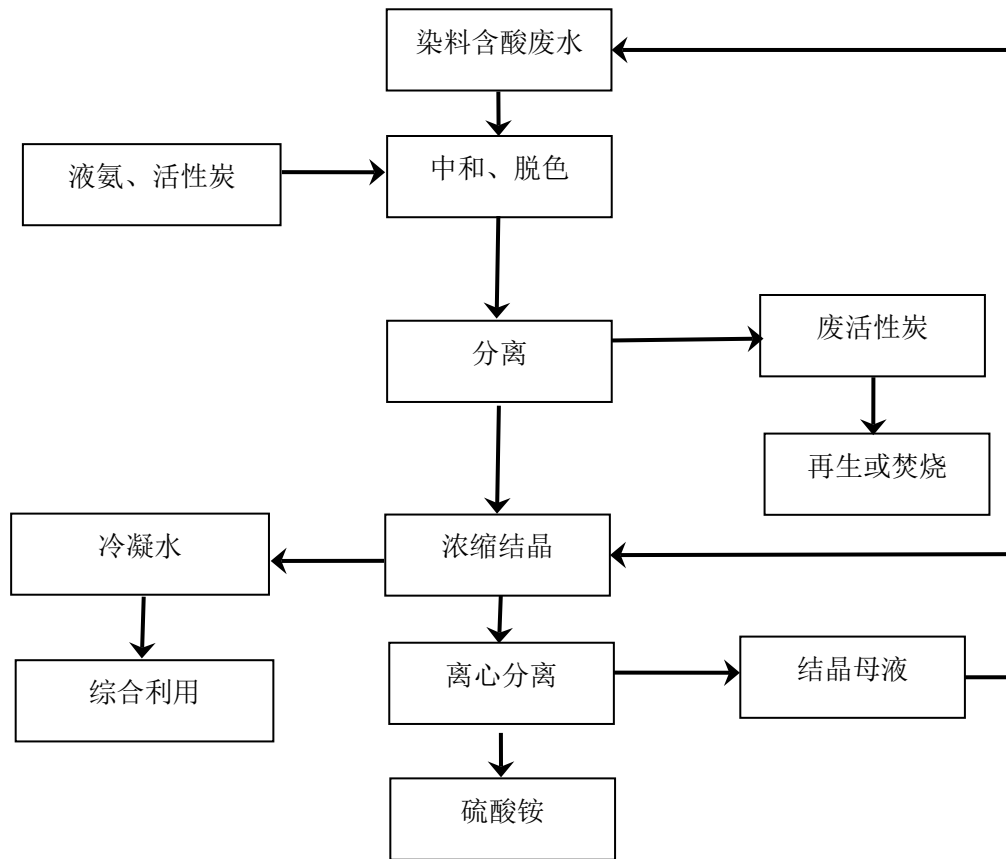


图 2：工艺流程图

4.3 指标项目的设定

根据硫酸铵原料来源和含酸废水中有毒有害物质的组分，参考国内外的相关标准和国家有关要求，确定本标准的主要参数为外观、氮含量、水分、水不溶物、游离酸、总有机碳含量、多环芳烃总量、多氯苯与氯化甲苯总量、重金属元素等 9 个指标。

4.4 试验方法及指标的设定

本标准所用的试验方法均采用现行的国家标准和化工行业标准规定方法。

4.4.1 外观

采用目测评定方法，外观是一个直观的、在一定程度上定性反应产品的控制项目。本标准规定外观为白色或灰白色粒状或粉末状，无可见机械杂质。

4.4.2 氮含量

氮含量是衡量硫酸铵产品的一个重要性指标，体现产品有效成分含量。根据 GB/T 535-1995《硫酸铵》中的合格产品标准中氮含量指标，结合企业现有工业水平，本标准规定染料副产硫酸铵中氮含量 $\geq 20.5\%$ 。

4.4.3 水分含量

水分含量主要体现产品的干燥程度。根据 GB/T535-1995《硫酸铵》中的合格产品标

准中水分含量标准，本标准规定产品水分含量 $\leq 1.0\%$ 。

4.4.4 水不溶物

水不溶物是控制产品机械杂质的一项指标。根据 GB/T535-1995《硫酸铵》中的优等品标准中水不溶物含量标准，本标准规定水不溶物 $\leq 0.05\%$ 。

4.4.5 游离酸

游离酸主要是在中和过程中剩余酸的量，根据 GB/T535-1995《硫酸铵》中的优等品标准中游离酸含量标准，本标准规定游离酸的量 $\leq 0.03\%$ 。

4.4.6 总有机碳含量

染料合成含酸废水经资源化回收制备硫酸铵，产品中无法避免的会带入少量的有机物，总有机碳是以碳的含量表示水体中有机物质总量的综合指标，因此本标准将硫酸铵中的有机碳含量加入标准中。同时，为了进一步精确的确定硫酸铵产品中的有机物含量，委托第三方检测机构对四家企业的样品进行了检测。在全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口的国标《肥料分级及要求》（送审稿）中大田级肥料要求中，石油烃总量（为C6~C36总和）小于等于0.2%（即2000mg/kg）（详见附件1）。由于TOC的测定采用高温燃烧，能将有机物全部氧化，比石油烃总量更能直接表示有机物的总量，因此本标准把总有机碳含量作为有机物的考量。为了控制硫酸铵产品中的有机物含量，保证硫酸铵使用的安全性，促使企业进一步创新改造，本着从严原则，本标准中规定总有机碳指标控制为 $\leq 300\text{mg/kg}$ 。

4.4.7 多环芳烃总量

染料制备过程中加入一定量的阴离子或其它离子类助剂，有可能会残留到染料含酸废水中，为考虑产品使用安全性，对硫酸铵产品进行多环芳烃的控制。产品指标根据实际生产的检测结果，以及参照《肥料分级及要求》（送审稿）中大田级肥料要求，确定多环芳烃总量：萘、蒽、芘、苊、菲、葱、荧葱、芘、苯并[a]葱、屈、苯并[b]荧葱、苯并[k]葱、苯并[a]芘、二苯并[a, h]葱、苯并[g,h,i]芘和茚并[1,2,3-cd]芘共计16种物质总和 $\leq 1.0\text{mg/kg}$ 。

4.4.8 多氯苯与氯化甲苯总量

染料制备过程中可能会存在含氯代类胺的分解，或从胺类原料带入多氯苯与氯化甲苯，可能会残留到染料含酸废水中，考虑到产品使用安全性，对硫酸铵产品进行总有机氯的控制。产品指标根据实际生产的检测结果和第三方机构检测结果，并参照《肥料分级及要求》（送审稿）中大田级肥料要求三氯乙醛 $\leq 1.0\text{mg/kg}$ ，《生活饮用水卫生标准》（GB5749-2006）中水质非常规指标及限值要求1,2-二氯苯1mg/L、1,4-二氯苯0.3mg/L、三氯苯0.02mg/L、氯苯0.3mg/L（详见附件2），以及结合限量值参照oeko-tex standard 100

一类标准（婴儿用品）限量物质清单要求设定，本着从严要求的原则，本标准确定多氯苯类与氯化甲苯：二氯苯、三氯苯、四氯苯、五氯苯、六氯苯、一氯甲苯、二氯甲苯、三氯甲苯、四氯甲苯、五氯甲苯之和限量 $\leq 1.0\text{mg/kg}$ 。

4.4.9 重金属元素

通过对染料副产硫酸铵样品的检测，重金属主要含有铬、铁、锌、锰、铍、镉等元素，其中铬属于《土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准》（GB 15618-2018）（详见附件3）和《肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标》（GB/T 23349-2009）的控制指标。重金属含量对生态环境有一定的影响作用，因此，本标准规定重金属元素的指标符合《肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标》（GB/T 23349-2009）的要求。

4.5 采样

按 GB/T 6678-2003 的规定进行。

4.6 检验分类

根据生产和使用实际，本标准确定外观、氮含量、水分、水不溶物、游离酸、总有机碳含量为出厂检验项目。重金属元素、多环芳烃、多氯苯与氯化甲苯为型式检验项目，在正常连续生产情况下，每6个月进行一次型式检验。

4.7 标志、标签、包装、运输、贮存

4.7.1 标志、标签

硫酸铵的包装袋上应涂有牢固、清晰的标志。注明：生产单位名称、产品名称、商标、产品标准号、批号、生产日期、毛重和净重。

产品应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、批号。

4.7.2 包装

硫酸铵包装于内衬塑料袋的编织袋中，并加密封和封印。每件重量按客户要求而定，其他包装可与用户协商确定。

4.7.3 运输

运输时应防止倒置，小心轻放，避免碰撞，切勿损坏包装。

4.7.4 贮存

硫酸铵应贮存于阴凉、干燥、通风的库房内，谨防受潮受热。

4.8 标准属性

本标准建议为推荐性化工行业标准。

4.9 标准质量要求

表 4-1：硫酸铵产品的要求

序号	项 目	指 标
1	外观	白色或灰白色粒状或粉末状，无可见机械杂质
2	氮（N）含量； %	≥20.5
3	水分含量； %	≤1.0
4	水不溶物含量； %	≤0.05
5	游离酸（以H ₂ SO ₄ 计）含量； %	≤0.03
6	总有机碳含量（TOC）； mg/kg	≤300
7	多环芳烃总量 ^a ； mg/kg	≤1.0
8	多氯苯与氯化甲苯总量 ^b ； mg/kg	≤1.0
9	重金属元素； mg/kg	符合 GB/T 23349-2009 的要求
<p>a: 多环芳烃总量指萘、苊烯、苊、芴、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并[a]蒽、屈、苯并[b]荧蒽、苯并[k]蒽、苯并[a]芘、二苯并[a,h]蒽、苯并[g,h,i]芘和茚并[1,2,3-cd]芘共计 16 种物质总和；</p> <p>b: 多氯苯与氯化甲苯指：二氯苯、三氯苯、四氯苯、五氯苯、六氯苯、一氯甲苯、二氯甲苯、三氯甲苯、四氯甲苯、五氯甲苯。</p>		

5 方法验证

5.1 分析方法的确定

5.1.1 氮含量的测定

按 GB/T535-1995 标准中第 4.3 条款 甲醛法的规定进行。

5.1.2 水分的测定

按 GB/T2386-2014 中 3.2 烘干法的规定进行。

5.1.3 水不溶物的测定

按 GB/T 2381-2013 的规定进行。

5.1.4 游离酸含量的测定

按 GB/T535-1995 标准中 4.5 游离酸含量的测定 容量法的规定进行。

5.1.5 总有机碳含量（TOC）的测定

按 HJ 501-2009 水质总有机碳的测定 燃烧氧化-非分散红外吸收法中第 3.2 条款的规定进行。

5.1.6 多环芳烃的测定

按 GB/T 32952-2016 的规定进行。

5.1.7 多氯苯类与氯化甲苯类的测定

按 GB/T 24164-2009 和 GB/T24167-2009 的规定进行。

5.1.8 重金属元素的测定

按 GB/T 23349-2009 的规定进行。

5.2 分析方法验证

5.2.1 总有机碳含量测定方法研发与验证

5.2.1.1 检测方法

按 HJ501-2009《水质 总有机碳的测定 燃烧氧化-非分散红外吸收法》进行测定。标准中测定总有机碳（TOC）分为差减法 and 直接法。当样品中苯、甲苯等挥发性有机物含量较高时，宜用差减法；当样品中挥发性有机物含量较少而无机碳含量相对较高时，宜用直接法测定。因此，染料副产硫酸铵中 TOC 含量测定采用直接法。

5.2.1.2 仪器条件

非分散红外吸收 TOC 分析仪：美国 O.I 1030D

5.2.1.3 样品处理方法

标准溶液的制备：环保部标准品总有机碳 1000 mg/l 的贮备液，取 10mL 稀释定容至 100mL 容量瓶中，配置成 100 mg/l 的使用液，再梯度配置成 0.00、4.00、12.0、24.0、36.0、48.0mg/l 的标准曲线浓度。

试样溶液的制备：称取 2g（精确至 0.0002g）样品至 50mL 烧杯中，加无二氧化碳水溶解定容至 100mL 的容量瓶中（如有杂质要过滤）备用。

5.2.1.4 线性关系

配置 0.00、4.00、12.0、24.0、36.0、48.0mg/l 的标准曲线，浓度与吸收峰面积绘制标准曲线，连续四日标准曲线，相关系数 R² 不低于 0.9995，满足方法要求。

5.2.1.5 回收率测试

对样品 1803004、LS-20170327-1、E1801014、18-03-30 分别做 4.00mg/l，24.0mg/l 加标回收测试，结果如下表所示：

表 5-1 回收率测试结果

样品编号	回收率%	
	4.00mg/l	24.0mg/l
1803004	98.35	90.2
LS-20170327-1	114	91.5
E1801014	101	86.8
18-03-30	100	90.2

5.2.2 多氯苯和氯化甲苯含量测定方法研发与验证

5.2.2.1 检测方法

参照 GB/T 24164-2009《染料产品中多氯苯的测定》和 GB/T 24167-2009《染料产品中氯化甲苯的测定》进行测定。

5.2.2.2 仪器条件

气相色谱质谱联用仪：色谱柱：DB-5MS，升温程序：35℃(2min) $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 200℃(5min)，离子源温度：230℃，四级杆温度：150℃，进样口温度：230℃，载气：He(纯度：99.9999%)，流量：1mL/min，进样体积：1 μ L，进样方式：不分流进样。

5.2.2.3 样品处理方法

标准溶液的制备：准确称取各标准品，至于 25mL 容量瓶中，用正己烷定容，作为储备液。

试样溶液的制备：称取 1g(精确到 0.0001g)样品，至于提取器中，在提取器中准确加入 2mL 超纯水溶解样品，再准确加入 10mL 正己烷，至于超声波浴中萃取 20min。用 0.45 μ m 聚四氟乙烯滤膜过滤头将萃取液注射过滤至 2mL 样品瓶中，待分析。

5.2.2.4 线性关系

配置 5.0、10.0、20.0、50.0、100.0、120.0 μ g/l 的标准曲线，浓度与吸收峰面积绘制标准曲线，连续五日标准曲线，相关系数 R² 不低于 0.99，满足方法要求。

5.2.2.5 回收率测试

对样品分别做 5.00 μ g/L、20.0 μ g/L、1000 μ g/L 加标回收测试，回收率满足方法要求。

5.3 企业台账方法验证

编制组收集了企业的日常至少 10 批次的分析数据，以此验证分析方法可操作性，并为确定控制指标的限值提供依据。各企业检测台账如下表所示。

表 5-2：A 公司检测结果

批次	外观	氮含量%	水分%	不溶物%	游离酸%	有机碳含量 mg/kg	重金属元素 mg/kg	多环芳烃 mg/kg	氯化苯与氯化甲苯 mg/kg
E1601119	白色结晶状	21.15	0.38	0.00	0.00	108	21.8	0.9	0.0
G16210	白色结晶状	20.58	1.30	0.01	0.04	123	157.6	0.0	0.0
G16227	白色结晶状	20.75	0.48	0.01	0.01	111	47.8	0.5	0.0
G16233	白色结晶状	20.90	0.91	0.01	0.03	174	72.3	0.0	0.0
G16205	白色结晶状	20.96	0.24	0.01	0.04	174	138.4	0.0	0.0
G16228	白色结晶状	20.50	1.33	0.01	0.03	121	110.4	0.4	0.0
G16235	白色结晶状	20.90	0.97	0.01	0.04	128	93.3	0.0	0.0
E1701077	白色结晶状	20.84	1.57	0.0	0.0	116	78.3	0.0	0.0

E1701078	白色结晶状	20.37	1.21	0.0	0.0	138	58.0	0.0	0.0
E1701080	白色结晶状	20.59	0.61	0.0	0.0	113	62.7	0.5	0.0
E1701086	白色结晶状	20.45	2.32	0.0	0.0	100	82.8	0.0	0.0
E1701087	白色结晶状	20.51	2.13	0.0	0.0	121	138.3	0.0	0.0
E1701088	白色结晶状	20.67	1.99	0.0	0.0	138	149.7	0.5	0.0
E1701089	浅棕结晶状	20.88	1.92	0.0	0.0	192	125.3	0.0	0.0
E1701090	浅黄结晶状	20.51	2.78	0.0	0.0	261	119.8	0.0	0.0
E1801014	白色结晶状	21.25	3.65	0.0	0.02	162	9.9	1.5	0.4

表 5-3: B 公司检测结果--多环芳烃和重金属

序号	委托编号	样品名称	检测指标	方法最低检出含量 (mg/kg)	检测结果 (mg/kg)
1	1717050007	硫酸铵 1# (4.25)	萘	7.12×10^{-2}	未检出
			蒽	8.16×10^{-2}	未检出
			芴	0.128	未检出
			芘	0.304	未检出
			菲	0.279	未检出
			蒽	0.244	未检出
			荧蒽	0.203	未检出
			芘	9.62×10^{-2}	未检出
			苯并[a]蒽	0.140	未检出
			屈	0.133	未检出
			苯并[b]荧蒽	0.247	未检出
			苯并[k]荧蒽	0.229	未检出
			苯并[a]芘	0.302	未检出
			二苯并[a,h]蒽	0.365	未检出
			苯并[g,h,i]花	0.577	未检出
茚并[1,2,3-cd]芘	0.602	未检出			
2	1717050008	硫酸铵 1# (4.25)	银	0.209	未检出
			砷	0.546	未检出
			钡	9.99×10^{-2}	未检出
			铍		1.84×10^{-2}
			镉	4.52×10^{-2}	未检出
			铬	7.54×10^{-2}	未检出
			铜	0.139	未检出
			汞	0.110	未检出
			镍	0.125	未检出
			铅	0.259	未检出

			硒	0.538	未检出
			锌	8.78×10^{-2}	未检出
			钴	8.55×10^{-2}	未检出
			锰		0.362
			钡	0.563	未检出
			铂	0.254	未检出
			铈	0.552	未检出
			钛	3.88×10^{-2}	未检出
			锡	0.141	未检出
			钒	9.46×10^{-2}	未检出
			锶		1.47
			铊	0.568	未检出
			铬(六价)	1.51×10^{-2}	未检出
3	1717050009	硫酸铵 2# (4.26)	银	0.209	未检出
			砷	0.546	未检出
			钡	9.99×10^{-2}	未检出
			铍		2.74×10^{-2}
			镉	4.52×10^{-2}	未检出
			铬	7.54×10^{-2}	未检出
			铜	0.139	未检出
			汞	0.110	未检出
			镍	0.125	未检出
			铅	0.259	未检出
			硒	0.538	未检出
			锌	8.78×10^{-2}	未检出
			钴	8.55×10^{-2}	未检出
			锰		0.222
			钡	0.563	未检出
			铂	0.254	未检出
			铈	0.552	未检出
			钛	3.88×10^{-2}	未检出
			锡	0.141	未检出
			钒	9.46×10^{-2}	未检出
锶		0.771			
铊	0.568	未检出			
铬(六价)	0.151	未检出			
4	1717050010	硫酸铵 2# (4.26)	萘	7.12×10^{-2}	未检出
			蒽烯	8.16×10^{-2}	未检出

			芘	0.128	未检出
			芴	0.304	未检出
			菲	0.279	未检出
			蒽	0.244	未检出
			荧蒽	0.203	未检出
			芘	9.62×10^{-2}	未检出
			苯并[a]蒽	0.14	未检出
			屈	0.133	未检出
			苯并[b]荧蒽	0.247	未检出
			苯并[k]荧蒽	0.229	未检出
			苯并[a]芘	0.302	未检出
			二苯并[a,h]蒽	0.365	未检出
			苯并[g,h,i]芘	0.577	未检出
			茚并[1,2,3-cd]芘	0.602	未检出
5	1717050011	硫酸铵 3# (4.27)	银	0.209	未检出
			砷	0.546	未检出
			钡	9.99×10^{-2}	未检出
			铍		3.06×10^{-2}
			镉	4.52×10^{-2}	未检出
			铬	7.54×10^{-2}	未检出
			铜	0.139	未检出
			汞	0.110	未检出
			镍	0.125	未检出
			铅	0.259	未检出
			硒	0.538	未检出
			锌	8.78×10^{-2}	未检出
			钴	8.55×10^{-2}	未检出
			锰		0.342
			钪	0.563	未检出
			钨	0.254	未检出
			铋	0.552	未检出
			钛	3.88×10^{-2}	未检出
			锡	0.141	未检出
			钒	9.46×10^{-2}	未检出
			铟		0.838
			铊	0.568	未检出
			铬(六价)	0.151	未检出
6	1717050012	硫酸铵 3#	萘	7.12×10^{-2}	未检出

		(4.27)	萘烯	8.16×10^{-2}	未检出		
			萘	0.128	未检出		
			芴	0.304	未检出		
			菲	0.279	未检出		
			蒽	0.244	未检出		
			荧蒽	0.203	未检出		
			芘	9.62×10^{-2}	未检出		
			苯并[a]蒽	0.140	未检出		
			屈	0.133	未检出		
			苯并[b]荧蒽	0.247	未检出		
			苯并[k]荧蒽	0.229	未检出		
			苯并[a]芘	0.302	未检出		
			二苯并[a,h]蒽	0.365	未检出		
			苯并[g,h,i]芘	0.577	未检出		
			茚并[1,2,3-cd]芘	0.602	未检出		
		7	1717050013	硫酸铵 4# (4.28)	银	0.209	未检出
					砷	0.546	未检出
					钡	9.99×10^{-2}	未检出
					铍		3.12×10^{-2}
					镉	4.52×10^{-2}	未检出
铬	7.54×10^{-2}				未检出		
铜	0.139				未检出		
汞	0.110				未检出		
镍	0.125				未检出		
铅	0.259				未检出		
硒	0.538				未检出		
锌	8.78×10^{-2}				未检出		
钴	8.55×10^{-2}				未检出		
锰					0.521		
钪	0.563				未检出		
钼	0.254				未检出		
铈	0.552				未检出		
钛	3.88×10^{-2}				未检出		
锡	0.141				未检出		
钒	9.46×10^{-2}				未检出		
锆		0.991					
铈	0.568	未检出					
铬(六价)	0.151	未检出					

8	1717050014	硫酸铵 4# (4.28)	萘	7.12×10^{-2}	未检出
			芴烯	8.16×10^{-2}	未检出
			芴	0.128	未检出
			芴	0.304	未检出
			菲	0.279	未检出
			蒽	0.244	未检出
			荧蒽	0.203	未检出
			芘	9.62×10^{-2}	未检出
			苯并[a]蒽	0.140	未检出
			屈	0.133	未检出
			苯并[b]荧蒽	0.247	未检出
			苯并[k]荧蒽	0.229	未检出
			苯并[a]芘	0.302	未检出
			二苯并[a,h]蒽	0.365	未检出
			苯并[g,h,i]芘	0.577	未检出
茚并[1,2,3-cd]芘	0.602	未检出			

表 5-4：B 公司检测结果--TOC、有机氯

样品名称	TOC (mg/kg)	COC (mg/kg)
		最低检出含量：1.0 mg/kg
1	269	未检出
2	265	未检出
3	267	未检出
4	320	未检出
5	282	未检出
6	300	未检出
7	367	未检出
8	330	未检出

表 5-5：C 公司检测结果-常规出厂检验项目

检测项目	指标	实测结果				
		1607151	1608132	1609172	1610212	1611031
外观	白色或淡黄色颗粒或粉末状，无可见机械杂质	淡黄色结晶颗粒	淡黄色结晶颗粒	淡黄色结晶颗粒	淡黄色结晶颗粒	淡黄色结晶颗粒
氮(N)含量，%	≥20.5	21.13	21.06	21.00	21.01	21.04
水分含量，%	≤1.00	0.41	0.66	0.74	0.48	0.26
水不溶物含量，%	≤0.05	0.004	0.003	0.005	0.006	0.003
游离酸(以H ₂ SO ₄ 计)含量，%	≤0.05	0.002	0.006	0.02	0.005	0.005

总有机碳含量 (TOC) mg/kg	≤1500	796	922	1320	1278	1078
总硫 (以 S 计) 含量, %	≥24.0	24.44	24.35	24.31	24.34	24.38
检测项目	指标	实测结果				
		AS160115 B-1	AS160309 B-2	AS160526 B-2	AS160717 B-2	AS16091 8B-2
外观	白色或灰白色颗粒或粉末状, 无可见机械杂质	符合	符合	符合	符合	符合
氮 (N) 含量, %	≥20.5	21.11	21.08	21.11	21.12	21.03
水分含量, %	≤1.00	0.07	0.04	0.04	0.03	0.05
水不溶物含量, %	≤0.05	0.01	0.003	0.009	0.008	0.007
游离酸 (以H ₂ SO ₄ 计) 含量, %	≤0.05	0	0	0.001	0	0
总有机碳含量 (TOC) mg/kg ≤	≤1500	860	938	1022	1252	998
总硫 (以 S 计) 含量, %	≥24.0	24.53	24.61	24.54	24.56	24.59

表 5-6: C 公司检测结果-多环芳烃 PAHs

CAS NO	83-32-9	208-96-8	120-12-7	56-55-3	50-32-8	205-99-2	192-97-2	191-24-2	205-82-3	207-08-9	218-01-9	27208-3 7-3
化合物名称	萘	萘(烯)	蒽	苯并(a) 蒽	苯并(a) 芘	苯并(b) 荧蒽	苯并(e) 芘	苯并 (ghi) 花	苯并(j) 荧蒽	苯并(k) 荧蒽	屈	环戊 烯(c,d) 芘
AS160115B-1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
AS160309B-2	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
AS160526B-2	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
AS160717B-2	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
AS160918B-2	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
1607151	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
1608132	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
1609172	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
1610212	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
1611031	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1

表 5-7: C 公司检测结果-重金属

化学名称	铬 Cr	钴 Co	镍 Ni	铜 Cu	镉 Cd	锑 Sb	铅 Pb	铁 Fe	锌 Zn	锰 Mn
AS160115B-1	<5	<5	<5	<5	<3	<1	<10	<5	<3	<5
AS160309B-2	<5	<5	<5	<5	<3	<1	<10	<5	<3	<5
AS160526B-2	<5	<5	<5	<5	<3	<1	<10	<5	<3	<5
AS160717B-2	<5	<5	<5	<5	<3	<1	<10	<5	<3	<5
AS160918B-2	<5	<5	<5	<5	<3	<1	<10	<5	<3	<5
1607151	<5	<5	<5	<5	<3	<1	<10	<5	<3	<5
1608132	<5	<5	<5	<5	<3	<1	<10	<5	3	<5
1609172	<5	<5	<5	<5	<3	<1	<10	<5	7	<5
1610212	<5	<5	<5	<5	<3	<1	<10	<5	<3	<5
1611031	<5	<5	<5	<5	<3	<1	<10	<5	7	<5

表 5-8：C 公司检测结果-多氯苯与多氯甲苯

化学名称	一氯代 苯	二氯苯	三氯苯	四氯苯	五氯苯	六氯苯	一氯甲 苯	二氯甲 苯	三氯甲 苯	四氯甲 苯	五氯甲 苯
AS160115B-1	0.2	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	0.2	<0.1	<0.1	<0.1
AS160309B-2	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
AS160526B-2	0.2	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
AS160717B-2	0.3	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
AS160918B-2	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
1607151	0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
1608132	0.2	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
1609172	0.2	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
1610212	0.6	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1
1611031	0.5	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1	<0.1

表 5-9: C 公司检测结果-有害芳胺

CAS NO	化合物名称	16071 51	16081 32	16091 72	16102 12	16110 31	AS160 115B- 1	AS160 309B- 2	AS160 526B- 2	AS160 717B- 2	AS160 918B- 2
92-67-1	4-氨基联苯	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
92-87-5	联苯胺	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
95-69-2	4-氯-邻甲苯胺	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
91-59-8	2-萘胺	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
97-56-3	邻氨基偶氮甲苯	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
99-55-8	2-氨基-4-硝基甲苯)	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
106-47-8	对氯苯胺	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
615-05-4	2,4-二氨基苯甲醚	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
101-77-9	4,4'-二氨基二苯甲烷	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
91-94-1	3,3'-二氯联苯胺	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
119-90-4	3,3'-二甲氧基联苯胺	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
119-93-7	3,3'-二甲基联苯胺	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
838-88-0	3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二 苯甲烷	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
120-71-8	2-甲氧基-5-甲基苯胺	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
101-14-4	4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯 甲烷	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
101-80-4	4,4'-二氨基二苯醚	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
139-65-1	4,4'-二氨基二苯硫醚	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
95-53-4	邻甲基苯胺	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
95-80-7	2,4'-二氨基甲苯	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
137-17-7	2,4,5-三甲基苯胺	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
90-04-0	邻甲氧基苯胺	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
95-68-1	2,4-二甲基苯胺	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
87-62-7	2,6-二甲基苯胺	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
60-09-3	4-氨基偶氮苯	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd

附件 1：《肥料分级及要求》（送审稿）中大田级肥料要求

表1 大田级肥料要求

序号	项目	含量限值
1	总镉	≤10 mg/kg
2	总汞	≤5 mg/kg
3	总砷	≤50 mg/kg
4	总铅	≤200 mg/kg
5	总铬	≤500 mg/kg
6	总镍	≤600 mg/kg
7	总钴	≤100 mg/kg
8	总硒 ^a	≤50 mg/kg
9	总钒	≤325 mg/kg
10	总铋	≤25 mg/kg
11	总铊	≤2.5 mg/kg
12	氟化物（水溶性氟）	≤1.0%
13	缩二脲	≤1.5%
14	三氯乙醛	≤1.0 mg/kg
15	多环芳烃总量 ^b	≤1.0 mg/kg
16	石油烃总量 ^c	≤0.2 %
17	邻苯二甲酸酯类总量 ^d	≤25 mg/kg
18	蛔虫卵死亡率	≥95%
19	粪大肠菌群数	≤100个/g

^a含硒肥料除外；
^b多环芳烃总量指萘、苊烯、苊、芴、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并[a]蒽、屈、苯并[b]荧蒽、苯并[k]蒽、苯并[a]芘、二苯并[a, h]蒽、苯并[g, h, i]芘和茚并[1, 2, 3-cd]芘共计16种物质总和；
^c石油烃总量为C6~C36总和；
^d邻苯二甲酸酯类总量为邻苯二甲酸二甲酯（DMP）、邻苯二甲酸二乙酯（DEP）、邻苯二甲酸二正丁酯（DnBP）、邻苯二甲酸二正辛酯（DnOP）、邻苯二甲酸双2-乙基己酯（DEHP）、邻苯二甲酸丁基卞基酯（BBP）六种物质总和。

附件 2：《生活饮用水卫生标准》（GB5749-2006）中水质非常规指标及限值要求

表 3 水质非常规指标及限值

指标	限值
1,2-二氯苯（mg/L）	1
1,4-二氯苯（mg/L）	0.3
三氯苯（总量，mg/L）	0.02
氯苯（mg/L）	0.3

附件 3：《土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准》（试行）（GB 15618-2018）

表 1 农用地土壤污染风险筛选值（基本项目）

单位：mg/kg

序号	污染物项目 ^{①②}		风险筛选值			
			pH≤5.5	5.5<pH≤6.5	6.5<pH≤7.5	pH>7.5
1	镉	水田	0.3	0.4	0.6	0.8
		其他	0.3	0.3	0.3	0.6
2	汞	水田	0.5	0.5	0.6	1.0
		其他	1.3	1.8	2.4	3.4
3	砷	水田	30	30	25	20
		其他	40	40	30	25
4	铅	水田	80	100	140	240
		其他	70	90	120	170
5	铬	水田	250	250	300	350
		其他	150	150	200	250
6	铜	果园	150	150	200	200
		其他	50	50	100	100
7	镍		60	70	100	190
8	锌		200	200	250	300

注：①重金属和类金属砷均按元素总量计。
②对于水旱轮作地，采用其中较严格的风险筛选值。

附件 2：意见反馈表

姓名		电话		传 真		E-mail		
单位				通信地址			邮编	
章条号	修改建议			修改理由				

(纸幅不够，请附页)