



中华人民共和国国家标准

GB/T 18877—XXXX

代替 GB/18877-2009

有机无机复混肥料

点击此处添加标准英文译名

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

有机无机复混肥料

1 范围

本标准规定了有机无机复混肥料的要求, 试验方法, 验规则, 标识, 包装, 运输和贮存。

本标准适用于以人及畜禽粪便、动植物残体、农产品加工下脚料等有机物料经过发酵, 进行无害化处理后, 加无机肥料制成的有机无机复混肥料, 本标准不适用于添加腐殖酸的有机无机复混肥料。

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, 仅所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 6274 肥料和土壤调节剂 术语

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 8573 复混肥料中有效磷含量的测定

GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法

GB/T 8577 复混肥料中游离水含量的测定卡尔·费休法

GB/T 17767.1 有机无机复混肥料的测定方法 第1部分:总氮含量

GB/T 17767.3 有机无机复混肥料的测定方法 第3部分:总钾含量

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB/T 19524.1 肥料中粪大肠菌群的测定

GB/T 19524.2 肥料中蛔虫卵死亡率的测定

GB/T 22923-2008 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法

GB/T 23349 肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标

GB/T 24890-2010 复混肥料中氯离子含量的测定

GB/T 24891 复混肥料粒度的测定

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

3 术语及定义

GB/T 6274 界定的和下列术语和定义适用于本标准

3.1

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

含有一定量有机肥料的复混肥料。

4 要求

4.1 外观：颗粒状或条状产品，无机械杂质。

4.2 有机无机复混肥料应符合表 1 要求，并应符合标明值。

表1 有机无机复混肥料要求

项目		指标		
		I 型	II 型	III型
总养分（N+P ₂ O ₅ +K ₂ O）的质量分数 ^a /%	≥	15.0	25.0	35.0
水分（H ₂ O）的质量分数 ^b /%	≤	12.0	12.0	12.0
有机质的质量分数/%	≥	20	15	10
粒度（1.00mm-4.75mm或3.35mm-5.60mm） ^c /%	≥	70	70	80
酸碱度（pH）		5.5-8.5		5.5-8.5
蛔虫卵死亡率/%	≥	95		
粪大肠菌群数/（个/g）	≥	100		
氯离子的质量分数 ^d /%	≤	3.0		
砷及其化合物的质量分数（以As计）/%	≤	0.0050		
镉及其化合物的质量分数（以Cd计）/%	≤	0.0010		
铅及其化合物的质量分数（以Pb计）/%	≤	0.0150		
铬及其化合物的质量分数（以Cr计）/%	≤	0.0500		
汞及其化合物的质量分数（以Hg计）/%	≤	0.0005		
a 标明的单一养分含量不低于 3.0%，，且单一养分测定值与标明值负偏差的绝对值不得大于 1.5%。				
b 水分以出厂检验数据为准。				
c 指出厂检验数,当用户对粒度有特殊要求时,可由供需双方协议确定。				
d 如产品氯离子含量大于 3.0%,并在包装容器上标明“含氯”,该项目可不做要求。				

5 试验方法

警告——试剂中的重铬酸钾及其溶液具有氧化性，硫酸及其溶液、盐酸、硝酸银溶液和氢氧化钠溶液具有腐蚀性，相关操作应在通风橱内进行。本标准并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件，

5.1 一般规定

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 规定。

5.2 外观

目测法

5.3 水分测定

按GB/T 8577或GB/T 8576规定进行，以GB/T 8577中的方法为仲裁法。对于含碳酸氢铵以及其他在干燥过程中产生非水分的挥发性物质的肥料应采用GB/T 8577中的方法测定。

5.4 总氮的测定

按GB/T 17767.1或GB/T 22923-2008中3.1的规定进行,以GB/T 17767.1中的方法为仲裁法。

5.5 有效五氧化二含量的定

按GB/T873电定进行

5.6 总氧化钾量的定

按GB/T 17767.3中规定进行。

5.7 有机质含量的测定 重铬酸钾容量法

5.7.1 原理

用一定量的重铬酸钾溶液及硫酸,在加热条件下,使有机-无机复混肥料中的有机碳氧化,剩余的重铬酸钾溶液用硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液滴定,同时作空白试验,根据氧化前后氧化剂消耗量,计算出有机碳含量,将有机碳含量乘以经验常数1.724转算为有机质。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 硫酸

5.7.2.2 硫酸溶液:1+1

5.7.2.3 重铬酸钾溶液 $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.8\text{mol/L}$,称取重铬酸钾 39.23g 溶于 600mL~800mL 水中,加水稀释至 1L,贮于试剂瓶中备用。

5.7.2.4 重铬酸钾基准溶液 $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.25\text{mol/L}$ 。称取经 120℃干燥 4h 的基准重铬酸钾 12.2577g,先用少量水溶解,然后转移入 1L 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.7.2.5 1,10-菲罗啉-硫酸亚铁混合指示液。

5.7.2.6 铝片: C.P. 。

5.7.2.7 硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液: $c(\text{Fe}^{2+})=0.25\text{mol/L}$,称取硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 70g(或硫酸亚铁铵($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 100g),溶于 900mL 水中,加入硫酸 20mL,用水释至 1L(必要时过滤),据匀后贮于色瓶中。此溶液易被空气氧化,故每次使用时应用重铬酸钾基准溶液标定,在溶液中加入两条净的铝片,可保持溶液浓度长期稳定。

硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液的标定:准确吸取25.0mL. 重铬酸钾基准溶液于250mL三角瓶中,加50mL~60mL水、10mL硫酸溶液和1,10菲罗啉-硫酸亚铁混合指示液3~5滴,用硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液滴定,被滴定溶液由橙色转为亮绿色,最后变为砖红色为终点,根据硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液的消耗量,计算其准确浓度 c_2 ,按式(1)计算:

$$c_2 = \frac{c_1 \times v_1}{v_2} \quad (1)$$

式中:

C_1 ——重铬酸钾基准溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——吸取重铬酸钾基准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定消耗硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL)

5.7.3 仪器

5.7.3.1 通常用实验室仪器。

5.7.3.2 水浴锅。

5.7.4 分析步骤

做两份试料的平行测定。

称取试样0.1g~1.0g(精确至0.0001g)(含有机碳不大于15mg),放入250mL三角瓶中,准确加入15.0mL重铬酸钾溶液和15mL硫酸,并于三角瓶口加一弯颈小漏斗,然后放入已沸的100℃沸水浴中,保温30min(保持水沸),取下,冷却后,用水冲洗三角瓶,瓶中溶液总体积应控制在75mL~100mL,加3~5滴1,1-菲啰啉-硫酸亚铁混合指示液用硫酸亚铁(或硫酸亚铁线)标准溶液滴定,滴定溶液由红色转为亮绿色,最后变成砖红色为滴定终点,同时按以上步骤进行空白试验

如果滴定试料所用酸亚铁(或硫酸亚铁)标准滴定溶液的用量不到空白试验所用硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液用量的1/3时,则应减少称样量,重新测定。

关于氯离子干扰,按5.12测定氯离子含量 w_1 (%),然后从有机碳测定结果中加以扣除。

5.7.5 分析结果的表述

有机质含量 w_2 的质量分数,数值以%表示,按式(2)计算

$$\omega_2 = \left[\frac{(V_3 - V_4) \times C_2 \times 0.003 \times 1.5}{m_0} \times 100 - \omega_1 / 12 \right] \times 1.724 \text{ -----(2)}$$

式中:

V_3 ——空白试验时,消耗硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_4 ——测定试料时,消耗硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

C_2 ——硫酸亚铁(或硫酸亚铁铵)标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

0.003——四分之一碳的摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

1.5——氧化校正系数;

ω_1 ——试样中氯离子的含量(质量分数),%

1/12——与1%氯离子相当的有机质的质量分数;

1.724——有机碳与有机质之间的经验转换系数;

m_0 ——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,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.7.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于1.0%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于1.5%。

5.8 粒度的测定

按GB/T 24891中规定进行。

5.9 酸碱度的测定 PH 酸度计算法

5.9.1 原理

试样经水溶解,用pH酸度计测定

5.9.2 试剂和溶液

5.9.2.1.1 苯二甲酸盐标准缓冲溶液: $c(\text{C}_6\text{H}_4\text{CO}_2\text{HCO}_2\text{K})=0.05\text{mol/L}$ 。

5.9.2.1.2 磷酸盐标准缓冲溶液: $c(\text{KH}_2\text{PO}_4)=0.025\text{mol/L}$, $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4)=0.025\text{mol/L}$ 。

5.9.2.1.3 硼酸盐标准缓冲溶液: $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)=0.01\text{mol/L}$

5.9.3 仪器

5.9.3.1 通常实验室用仪器。

5.9.3.2 pH 酸度计:灵敏度为 0.01pH 单位。

5.9.4 分析步骤

做两份试料的平行测定。

称取试样10.00g于100mL 烧杯中,加50mL不含二氧化碳的水,搅动1min,静置5min,用pH酸度计测定。测定前,用标准缓冲溶液对酸度计进行校验。

5.9.5 分析结果的表述

试样的酸碱度以pH值表示。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.9.6 允许差

平行测定结果的对差值不大于0.10pH。

5.10 蛔虫卵死亡率的测定

按GB/T 19524.2的规定进行。

5.11 粪大肠菌群数的测定

按GB/T 19524.1的规定进行。

5.12 氯离子含量的测定

5.12.1 原理

试样在微酸性溶液中(若用沸水提取的试样溶液过滤后滤液有颜色,将试样和爱斯卡混合试剂混合,经灼烧以除去可燃物,并将氯转化为氯化物),加入过量的硝酸银溶液,使氯离子转化成氯化银沉淀,使用邻苯二甲酸丁酯包裹沉淀,以硫酸铁铵为指示剂,用硫氰酸铵标准滴定剩余的硝酸银。

5.12.2 试剂和溶液

5.12.2.1 同 GB/T 24890-2010 中的试剂和材料。

5.12.2.2 硝酸银溶液: 10g/L。

5.12.2.3 活性炭。

5.12.2.4 爱斯卡混合试剂: 将氧化镁与无水碳酸钠以 2:1 的质量比混合后研细至小于 0.25nm 并混匀。

5.12.3 仪器

5.12.3.1 通常实验用仪器。

5.12.3.2 箱式电阻炉：温度可控制在 $(500 \pm 20)^\circ\text{C}$ 。

5.12.4 分析步骤

做两份试料的平行测定

按GB/T 24890-2010 中规定进行。

若滤液有颜色,应准确取一量的滤液(含氧离子约25mg)加2~3g活性炭,充分搅拌后过滤,并洗涤3~5次,每次用水约5mL.收集全部滤液于250mL锥形瓶中,以下按GB/T 24890-2010的分析步中“加入5mL硝酸溶液,加入25m硝酸银溶液……”进行测定。

对于活性炭无法脱色的样品,可减少称样量,取1g~2g试样,将试料放入内盛2g~4g(称准至0.1g)爱斯卡混合试剂的瓷坩埚中,仔细混匀,再用2g爱斯卡混合试剂覆盖,将瓷坩埚送入 $(500 \pm 20)^\circ\text{C}$ 的箱式电阻炉内灼烧2h。将瓷坩从炉内取出冷却到室温,将其中的灼烧物转入250mL烧杯中,并用50mL~60mL热水冲流坩内壁将冲法液一并放入烧杯中。用倾泻法用定性滤纸过滤,用热水冲洗残渣1~2次,然后将残渣转移到漏斗中,再用热水仔细冲洗滤纸和残渣,洗至无氯离子为止(用10g/L酸银溶液检验),所有滤液都收集到250mL量瓶中,定容到刻度并摇匀。准确吸取一定量的虑液(含氯离子约25mg)于250mL锥形瓶中,以下按GB/T 24890-2010的分析步骤中“加入5mL硝酸溶液,加入25.0mL硝酸银溶液……”进行测定。

5.12.5 分析结果的表述

见GB/T24890-2010中分析结果的计算

5.12.6 允许差

见GB/T 24890-2010中规定。

5.13 砷、镉、铅、铬和汞含量测定

按CB/T 23349中规定进行。

6 检验则

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中蛔虫卵死亡率、粪大肠菌群数、氯离子、砷、镉、铅、铬、汞含量测定为型式检验项目,其他为出厂检验项目,型式检验项目在下列情况时,应进行测定:

- 正式生产时,原料、工艺及设备发生变化;
- 正式生方时,定期或积累到一定量后,应周期期性进行一次检验;
- 国家质量监督机构提出检验的需求时。

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500t。

6.3 采样方案

按GB/T 15063-2009 6.3规定进行。

6.4 样品缩分

按GB/T 15063-2009 6.4.1规定进行。

6.5 试样制备

由6.4中取一瓶样品,经多次缩分后取出约100g(余下未研磨的样品供粒度测定用),迅速研磨至全部通过1.00mm孔径试验筛(如样品潮湿或很难粉碎,可研磨至全部通过2.00mm孔径试验筛),混匀,收集到干燥瓶中,作成分分析用。余下样品供粒度、蛔虫卵死亡率、粪大肠菌群数测定。

6.6 结果判定

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

6.6.2 检验项目的检验结果全部符合本标准要求时,判该批产品合格。

6.6.3 出厂检验时,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2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。

6.6.4 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、批号或生产日期、产品净含量、总养分、配合式、有机质含量、氯离子含量、pH值和本标准编号。

7 标识

7.1.1 应在产品包装容器正面标明产品类别(如I型、II型、III型)、配合式、有机质含量。

7.1.2 产品如含有硝态氮,应在包装容器正面标明“含硝态氮”。

7.1.3 标称硫酸甲(型)、硝酸钾(型)、硫基等容易导致用户误认为不含氯的产品不应同时标明“含氯”。含氯的产品应用汉字在正面明确标注“含氯”,而不是“氯”、“含Cl”或“Cl”等。标明“含氯”的产品的包装容器上不应有忌氯作物的图片。

7.1.4 产品外包装袋上应有使用说明,内容包括示语(如“氯含量较高,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。

7.1.5 每袋净含量应标明单一数值,如50kg。

7.1.6 其余应符合GB 18382。

8 包装、运输和贮存

8.1.1 产品用塑料编织袋内衬聚乙烯薄膜袋或涂膜聚丙烯编织袋包装,在符合GB 8569中规定的条件下宜使用经济实用数包装。产品每袋净含量(50±0.5)kg、(40±0.4)kg、(25±0.25)kg、(10±0.1)kg,平均每袋净含量分别不应低于50.0kg、40.0kg、25.0kg、10.0kg,当用户对每袋净含量有特殊要求时,可由供需双方协商解决,以双方合同规定为准。

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

8.1.3 产品应贮存于阴凉干燥处,在运输过程中应防雨、防潮、防晒、防破裂。