

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2876—2015

肥料和土壤调理剂 有机质分级测定

Fertilizers and soil amendments—Grading determination of organic matters

2015-12-29 发布

2016-04-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：国家化肥质量监督检验中心(北京)。

本标准主要起草人：王旭、保万魁、林茵、韩岩松、孙又宁、侯晓娜、黄均明。

肥料和土壤调理剂 有机质分级测定

1 范围

本标准规定了相关术语和定义、有机物料、易氧化有机质、有机质、有机物氧化法测定易氧化有机质含量、重铬酸钾氧化法测定有机质含量、灼烧法测定有机物总量和灰分含量的试验方法。

本标准适用于以有机物料为主要原料经过发酵降解工艺加工而成的固体肥料和土壤调理剂。

本标准也适用于堆肥、工业废弃物及发酵中间体等非产品类固体有机物料。水分含量的测定按附录 A 的规定执行；易氧化有机质含量、有机质含量、有机物总量和灰分含量的测定结果的表述按附录 B 的规定执行。

本标准不适用于水溶肥料。

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 17179—1999 固体废物 水分测定方法

HG/T 2696—1996 无机化学试剂 标准

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

有机物料 **organic materials**

指以植物、动物尸体、排泄物、废弃物为主要成分的含碳物料。

3.2

易氧化有机质含量 **content of readily oxidizable organic matter**

指用定量高锰酸钾溶液氧化试样中的有机碳，根据反应前后测定的吸光度值计算有机碳含量，再经碳系数换算得出的成分含量（质量分数）。

3.3

有机质含量 **content of organic matters**

指用定量重铬酸钾—硫酸溶液氧化试样中的有机碳，再用硫酸亚铁标准滴定溶液进行返滴定。根据氧化剂和滴定溶液消耗量计算有机碳含量，经碳系数换算得出的成分含量（质量分数）。

3.4

有机物总量 **total content of organic materials**

指经高温灼烧除去有机物，根据灼烧后灰分质量计算得出的成分含量（质量分数）。

4 有机质分级

将肥料或土壤调理剂中的有机成分分为易氧化有机质、有机质、有机物 3 级。

a) 有机物总量与灰分含量相对应，有机物总量高则灰分含量低，有机物总量低则灰分含量高。

b) 易氧化有机质含量和有机质含量高低表示有机物料特性及发酵降解程度高低。

5 样品采集和试样制备

5.1 样品采集

将所采样品置于洁净、干燥的容器中，迅速混匀。取样品 4 kg，分装于 2 个洁净、干燥容器中，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。其中一部分用于产品质量分析，另一部分应保存至少 2 个月，以备复验。其余按 GB/T 6679 的规定执行。

5.2 试样制备

将样品缩分至约 100 g，迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛，混合均匀，置于洁净、干燥容器中。

6 烘干水分含量的测定

6.1 仪器和设备

6.1.1 通常实验室仪器

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

6.1.3 称量瓶：容积不小于 20 mL，带盖，耐腐蚀，常用质量为 10 g 左右

6.2 分析步骤

称取试样 m_1 (g)，精确至 0.001 g，置于已预先在 $(105 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥 1 h 的称量瓶中，称量后放入干燥器中，冷却至室温，称量。若使用瓷坩埚盛放试样，可结合有机物总量的测定同步完成。

6.3 分析结果的表述

烘干水分含量以质量分数 w 表示，数值以百分率表示，按式 (1) 计算。

式中：

m_1 ——烘干前试料的质量，单位为 g；

m_2 ——烘干后试料的质量，单位为 g。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后 2 位。

6.4 允许差

平行测定结果和不同实验室测定结果的绝对差值应符合表 1 的要求。

表 1

烘干水分含量，%	平行测定结果的绝对差值，%	不同实验室测定结果的绝对差值，%
≤ 5.00	≤ 0.20	≤ 0.30
> 5.00	≤ 0.30	≤ 0.50

7 易氧化有机质含量的测定 高锰酸钾氧化法

7.1 试剂和材料

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 3696 的规定执行。

高锰酸钾溶液： $c(1/5 \text{ KMnO}_4) = 0.333 \text{ mol/L}$ 。称取高锰酸钾 10.476 2 g，溶于 1 050 mL 水中，缓缓煮沸 15 min，冷却后置于暗处，2 周后用去 CO_2 水定容到 1 000 mL，摇匀后再用 4 号垂熔玻璃滤器过滤于干燥的棕色瓶中。若保存期超过 3 个月，使用前需再次过滤。

注：过滤高锰酸钾溶液不能用滤纸等有机滤材，所用的玻璃滤坩应预先以同样的高锰酸钾溶液缓缓煮沸 5 min。收

集瓶也应用此高锰酸钾溶液洗涤 2 次~3 次。

7.2 仪器和设备

7.2.1 通常实验室仪器。

7.2.2 分光光度计,配 1 cm 石英比色皿。

7.2.3 振荡器。

7.2.4 转速可达 4 000 r/min 的离心机,配有 50 mL 聚四氟乙烯或圆底玻璃离心管。

7.3 分析步骤

7.3.1 试样溶液的制备

称取试样 0.1 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g,碳含量不超过 75 mg/g)于 100 mL 锥形瓶中,加入 25 mL 高锰酸钾溶液,在室温下于振荡器(7.2.3)上振荡 30 min(振荡频率以瓶内试料能自由翻动即可)。将试样转移至离心管,在离心机(7.2.4)上以 3 000 r/min~4 000 r/min 的转速离心 10 min,上清液待测。

7.3.2 测定

吸取 1 mL 上清液到 250 mL 容量瓶中,定容,摇匀后在分光光度计 560 nm 波长下测量吸光度。

同时做空白试验。空白试验除不加试料外,其他试剂及试液的制备与试样溶液稀释相同倍数后测量吸光度。

7.4 分析结果的表述

样品中易氧化有机碳质量分数(%)的计算公式如下,按式(2)计算;若以烘干基计,按式(3)计算。

$$w_{\text{有机碳}} = \frac{A_0 - A}{0.333 \times 25} \times 9 \times 10^{-3} \times 1.724 \times 100\% \quad (2)$$

$$w_{\text{有机碳}} = \frac{(A_0 - A) \times 10^{-3}}{A_0 m (1 - x_1)} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

A_0 ——空白试验时,测得的吸光值;

A ——测定试料时,测得的吸光值;

0.333 ——高锰酸钾溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

25 ——高锰酸钾溶液的体积,单位为毫升(mL);

9 ——与 1.00 mL 高锰酸钾溶液[$c(1/5\text{KMnO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$]相当的以毫克表示的碳的质量;

1.724 ——有机碳换算为有机质的系数;

10^{-3} ——毫克换算为克的系数;

m ——试料的质量,单位为克(g);

x_1 ——烘干水分的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留 3 位有效数字。

7.5 允许差

平行测定结果和不同实验室测定结果的绝对差值应符合表 2 的要求。

表 2

易氧化有机质的质量分数, %	平行测定结果的绝对差值, %	不同实验室测定结果的绝对差值, %
≤30.0	≤2.0	≤3.0
>30.0	≤3.0	≤5.0

8 有机质含量的测定 重铬酸钾氧化法

8.1 试剂和材料

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 NY/T 3696 的规定执行。

- 8.1.1 重铬酸钾,工作基准。
- 8.1.2 硫酸。
- 8.1.3 邻菲罗啉指示剂:称取邻菲罗啉 1.490 g 溶于含有 0.7 g 硫酸亚铁的 100 mL 水溶液中。密闭保存于棕色瓶中。
- 8.1.4 重铬酸钾溶液: $c(1/6 K_2Cr_2O_7) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。称取 4.903 1 g 溶于 250 mL 水中(必要时可加热溶解),冷却后,定容至 250 mL。
- 8.1.5 重铬酸钾标准溶液: $c(K_2Cr_2O_7) = 0.2 \text{ mol/L}$ 。称取 24.815 6 g 于 105℃ 烘至恒重的重铬酸钾基准试剂(8.1.1) 0.807 3 g,用水溶解并定容至 1 L。
- 8.1.6 硫酸亚铁标准滴定溶液: $c(FeSO_4) = 0.2 \text{ mol/L}$ 。称取 13.204 3 g 溶于 600 mL~800 mL 蒸馏水中,加入 20 mL 硫酸(8.1.2)定容至 1 L,贮于棕色瓶中。硫酸亚铁溶液在空气中易被氧化,使用时应标定其浓度。

硫酸亚铁标准溶液的标定:吸取 20 mL 重铬酸钾标准溶液(8.1.5)于 250 mL 锥形瓶中,加入 3 mL 硫酸(8.1.2)和邻菲罗啉指示剂(8.1.3) 5 滴,用硫酸亚铁标准溶液滴定,根据消耗的体积,按式(4)计算硫酸亚铁标准滴定溶液的浓度 c_2 。

$$c_2 = \frac{c_1 \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (4)$$

式中:
 c_1 ——重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_1 ——重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
 V_2 ——滴定时消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

8.2 仪器和设备

- 8.2.1 通常实验室仪器。
- 8.2.2 温度可达 300℃ 的电砂浴或具有相同功效的其他加热装置。
- 8.2.3 磨口锥形瓶:200 mL。
- 8.2.4 与磨口锥形瓶配套使用的磨口简易空气冷凝管:直径约 1 cm,长约 20 cm。

8.3 分析步骤

8.3.1 氧化

称取试样 0.05 g~0.3 g(精确至 0.000 1 g)于磨口锥形瓶中,加入 25.0 mL 重铬酸钾溶液(8.1.4)和 25.0 mL 硫酸(8.1.2)。将锥形瓶与简易空气冷凝管连接,置于已预热到 200℃~230℃ 的电砂浴上加热。当简易空气冷凝管下端落下第一滴冷凝液时,开始计时,氧化(10±0.5) min。取下锥形瓶,冷却。用水冲洗冷凝管内壁后全部转入 250 mL 容量瓶中,定容待测。

注:若使用油浴、孔状电加热装置进行氧化,需保证加热玻璃仪器露出热源部分至少 20 cm,并加盖弯颈漏斗。

8.3.2 滴定

吸取 50.0 mL 待测液于 200 mL 锥形瓶中,加水使锥形瓶中溶液体积约为 120 mL。再加入 3 滴~5 滴邻菲罗啉指示剂(8.1.3),用硫酸亚铁标准滴定溶液(8.1.6)滴定剩余的重铬酸钾。溶液的变色过程经橙黄→蓝绿→棕红,即达终点。若滴定所消耗的体积不到滴定空白所消耗体积的 1/3 时,则应减少试样称样量,重新测定。

8.3.3 空白试验

除不加试样外,其他步骤同试样的测定。每次平行测定的滴定体积绝对差值≤0.06 mL 时,才可取平均值,代入计算公式。

8.4 分析结果的表述

样品中有机质含量以质量分数 ω_1 计,数值以百分率表示,按式(5)计算;若以烘干基计,按式(6)计算。

式(5)
$$\omega_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 1.724 \times 100}{m \times D} \times 100\% \quad (5)$$

式(6)
$$\omega_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 1.724 \times 100}{m \times D \times x_1} \times 100\% \quad (6)$$

式中:
 V_1 ——测定空白时消耗硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 V_2 ——测定试样时消耗硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 c ——硫酸亚铁标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 D ——测定时试样溶液的稀释倍数;
0.003——与 0.003 mol/L 硫酸亚铁标准滴定溶液 [$c(\text{FeSO}_4) = 0.003 \text{ mol/L}$] 相当的质量表示的碳的质量;
1.724——有机碳与碳的质量换算系数;
 m ——试料的质量,单位为克(g);
 x_1 ——烘干基水分质量分数;
取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,结果保留两位有效数字。

8.5 允许差

平行测定结果和不同实验室测定结果的绝对差值应符合表 1 的要求。

有机质的质量分数, %	平行测定结果的绝对差值, %	不同实验室测定结果的绝对差值, %
≤40.0	≤1.5	≤2.0
>40.0	≤2.0	≤3.0

9 有机物总量和灰分含量的测定 灼烧法

9.1 仪器和设备

- 9.1.1 通常实验室仪器。
- 9.1.2 高温电炉:温度可控制在(525±10)℃。
- 9.1.3 瓷坩埚或镍坩埚:容积 50 mL,具盖。

9.2 分析步骤

9.2.1 将坩埚(9.1.3)放入高温电炉(9.1.2)(坩埚盖斜放),在(525±10)℃下灼烧 30 min。取出后移入干燥器中平衡 30 min,称量。再放入高温电炉(9.1.2)在(525±10)℃灼烧 10 min。取出,同上条件冷

却、称量,直至两次质量之差小于 0.5 mg,即为恒重。

9.2.2 称取试样 2 g~3 g,精确至 0.001 g,平铺于已知质量的坩埚(9.1.3)中,在电炉上缓慢炭化(坩埚盖斜放),先在较低温度下灼烧至无烟,然后升高温度灼烧使试料呈灰白色,再放入高温电炉(9.1.2)内(坩埚盖斜放),于(525±10)℃灼烧 6 h。取出后移入干燥器中平衡,称量。

注:平铺于坩埚中的试料在炭化前,可增加烘干、称重等步骤,同步完成水分含量测定。

9.3 分析结果的表述

9.3.1 有机物总量

样品中有机物总量以质量分数 w_1 计,数值以百分率表示,按式(7)计算;若以烘干基计,按式(8)计算。

$w_1(\text{样品}) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$

$w_1(\text{烘干基}) = \frac{m_1 - m_2}{m(1 - x_1)} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$

式中:

m_1 ——灼烧前坩埚及内容物质量,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后坩埚及内容物质量,单位为克(g);

m ——试料的质量,单位为克(g);

x_1 ——烘干水分的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留 3 位有效数字。

9.3.2 灰分含量

样品中灰分含量以质量分数 w_2 计,数值以百分率表示,按式(9)计算;若以烘干基计,按式(10)计算。

$w_2(\text{样品}) = \frac{m_2 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (9)$

$w_2(\text{烘干基}) = \frac{m_2 - m_0}{m(1 - x_1)} \times 100\% \dots\dots\dots (10)$

式中:

m_2 ——灼烧后坩埚及内容物质量,单位为克(g);

m_0 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m ——试料的质量,单位为克(g);

x_1 ——烘干水分的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留 3 位有效数字。

9.4 允许差

9.4.1 有机物总量允许差

平行测定结果和不同实验室测定结果的绝对差值应符合表 4 的要求。

表 4

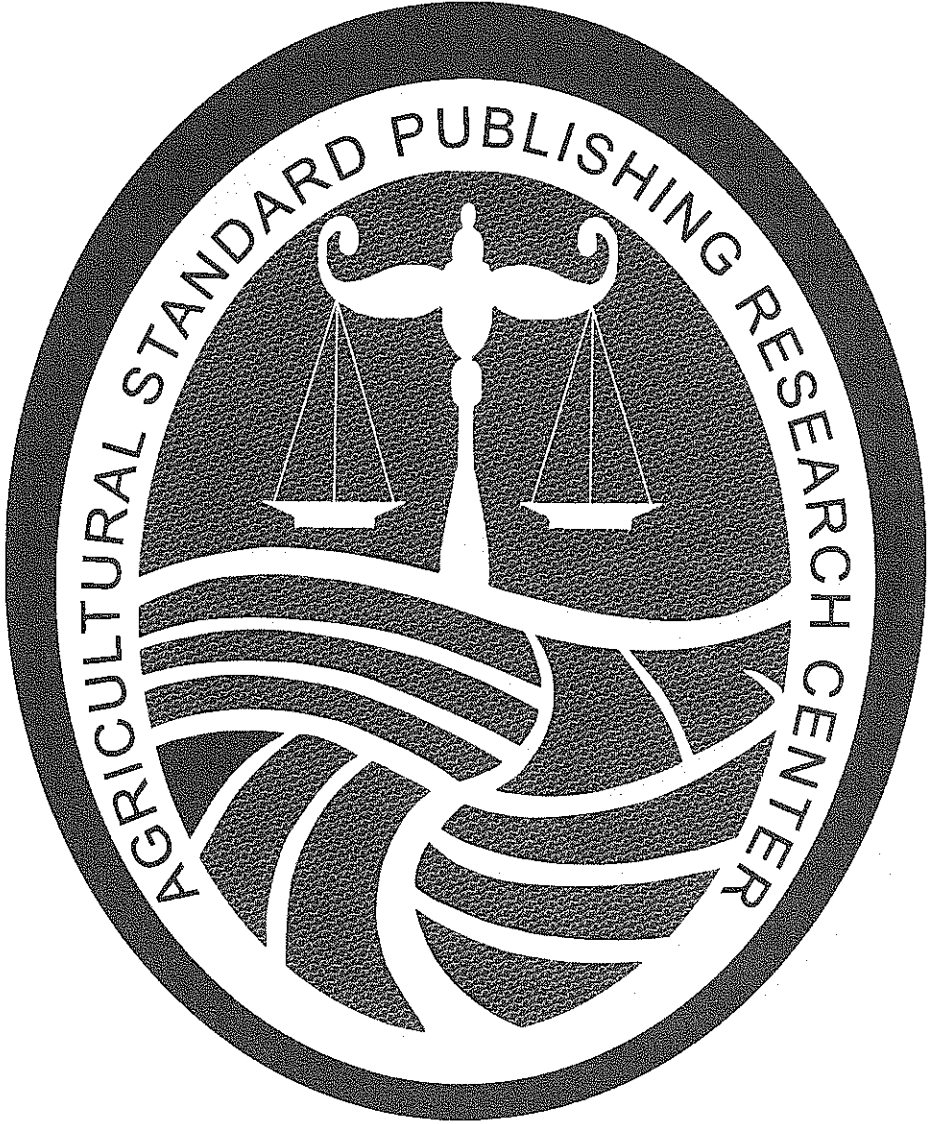
有机物总量, %	平行测定结果的绝对差值, %	不同实验室测定结果的绝对差值, %
≤50.0	≤0.5	≤1.0
>50.0	≤1.0	≤2.0

9.4.2 灰分含量允许差

平行测定结果和不同实验室测定结果的绝对差值应符合表 5 的要求。

表 5

灰分含量,%	平行测定结果的绝对差值,%	不同实验室测定结果的绝对差值,%
≤50.00	≤0.5	≤1.0
>50.00	≤1.0	≤2.0



附录 A (规范性附录)

非产品类有机物料 水分含量的测定

A.1 范围

本附录规定了堆肥、农业废弃物及发酵中间体等非产品类有机物料水分含量的试验方法。
本附录适用于堆肥、农业废弃物及发酵中间体内水分含量较高而无法粉碎和研磨过筛的样品。

A.2 风干水分含量的测定

A.2.1 仪器和设备

通常实验室仪器。

A.2.2 分析步骤

将样品置于适当的容器内,用分析天平准确称量(精确至0.001g),然后置于通风良好的干燥环境中充分风干后,再次称量。

注:样品风干不留复验残渣,须按规定的规定执行。

A.2.3 分析结果的表述

风干水分含量以质量分数计,数值以百分数表示,按式(A.1)计算。

$$x_0 = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100\% \quad \text{..... (A.1)}$$

式中:

m_0 ——风干前试料的质量,单位为克(g)。

m_1 ——风干后试料的质量,单位为克(g)。

结果保留3位有效数字。

A.3 烘干水分含量的测定

A.3.1 样品制备取 A.2 风干后样品按 5.2 的规定执行。

A.3.2 烘干水分含量的测定按第 6 章的规定执行。

附录 B (规范性附录)

非产品类有机物料 易氧化有机质含量、有机质含量、有机物总量和灰分含量测定结果的表述

B.1 范围

本附录规定了堆肥、农业废弃物及发酵中间体等非产品类固体有机物料易氧化有机质含量、有机质含量、有机物总量和灰分含量测定结果的表述。

本附录适用于堆肥、农业废弃物及发酵中间体物料水分含量较高而无法粉碎和研磨过筛的样品。

注：样品制备参照《风干后样品制备》的规定执行。

B.2 易氧化有机质含量、有机质含量、有机物总量和灰分含量测定结果的表述

B.2.1 易氧化有机质含量

样品中易氧化有机质含量以质量分数 ω_1 计,数值以百分率表示,按式(B.1)计算;若以风干基或烘干基计,按式(B.1)或式(B.2)计算。

$$\omega_1(\text{风干基}) = \frac{A_0 - A}{0.333 \times 25 \times 1.724} \times 10^{-3} \times 100\% \quad (\text{B.1})$$

$$\omega_1(\text{烘干基}) = \frac{A_0 - A}{0.333 \times 25 \times 1.724} \times 10^{-3} \times 100\% \quad (\text{B.2})$$

$$\omega_1(\text{风干基}) = \frac{A_0 - A}{0.333 \times 25 \times 1.724} \times 10^{-3} \times 100\% \quad (\text{B.3})$$

式中:

A_0 ——空白试验时,测得的吸光值;

A ——测定试样时,测得的吸光值;

0.333 ——高锰酸钾溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

25 ——高锰酸钾溶液的体积,单位为毫升(mL);

9 ——与 1.00mL 高锰酸钾溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以毫克表示的碳的质量;

1.724 ——有机碳换算为有机质的系数;

10^{-3} ——毫克换算为克的系数;

m ——试料的质量,单位为克(g);

x_1 ——烘干水分的质量分数;

x_0 ——风干水分的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留 3 位有效数字。

B.2.2 有机质含量

样品中有机质含量以质量分数 ω_2 计,数值以百分率表示,按式(B.6)计算;若以风干基或烘干基计,按式(B.4)或式(B.5)计算。

$$\omega_2(\text{风干基}) = \frac{(V_1 - V_2)cD \times 0.003 \times 1.724}{m} \times 100\% \quad (\text{B.4})$$

$$\omega_2(\text{烘干基}) = \frac{(V_1 - V_2)cD \times 0.003 \times 1.724}{m(1 - x_1)} \times 100\% \quad (\text{B.5})$$

$$\omega_2(\text{样品}) = \omega_2(\text{风干基}) \times (1 - x_0) \quad (\text{B.6})$$

式中:

V_1 ——测定空白时,消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定试样时,消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫酸亚铁标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

D ——测定时试样溶液的稀释倍数;

0.003 ——与 1.00 mL 硫酸亚铁标准滴定溶液 [FeSO_4] = 1.000 mol/L] 相当的以克表示的碳的质量;

1.724 ——有机碳换算为有机质的系数;

m ——试料的质量,单位为克(g);

x_1 ——烘干水分的质量分数;

x_0 ——风干水分的质量分数;

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留三位有效数字。

B.2.3 有机物总量

样品中有机物总量以质量分数 ω_3 计,数值以百分率(%)表示,按式(B.9)计算;若以风干基或烘干基计,按式(B.7)或式(B.8)计算。

$$\omega_3(\text{风干基}) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad (\text{B.7})$$

$$\omega_3(\text{烘干基}) = \frac{m_1 - m_2}{m(1 - x_1)} \times 100\% \quad (\text{B.8})$$

$$\omega_3(\text{样品}) = \omega_3(\text{风干基}) \times (1 - x_0) \quad (\text{B.9})$$

式中:

m_1 ——灼烧前坩埚及内容物质量,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后坩埚及内容物质量,单位为克(g);

m ——试料的质量,单位为克(g);

x_1 ——烘干水分的质量分数;

x_0 ——风干水分的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留三位有效数字。

B.2.4 灰分含量

样品中灰分含量以质量分数 ω_4 计,数值以百分率(%)表示,按式(B.12)计算;若以风干基或烘干基计,按式(B.10)或式(B.11)计算。

$$\omega_4(\text{风干基}) = \frac{m_2 - m_0}{m} \times 100\% \quad (\text{B.10})$$

$$\omega_4(\text{烘干基}) = \frac{m_2 - m_0}{m(1 - x_1)} \times 100\% \quad (\text{B.11})$$

$$\omega_4(\text{样品}) = \omega_4(\text{风干基}) \times (1 - x_0) \quad (\text{B.12})$$

式中:

m_2 ——灼烧后坩埚及内容物质量,单位为克(g);

m_0 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m ——试料的质量,单位为克(g);

x_1 ——烘干水分的质量分数;

x_0 ——风干水分的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,结果保留 3 位有效数字。

