

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3041—2016

生物炭基肥料

Biochar based fertilizer

2016-12-23 发布

2017-04-01 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。

本标准由农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：沈阳农业大学、农业部肥料质量监督检验测试中心（沈阳）。

本标准参与起草单位：农业部肥料质量监督检验测试中心（郑州）、南京林业大学、河南农业大学、辽宁金和福农业科技股份有限公司、承德避暑山庄农业发展有限公司、云南威鑫农业科技股份有限公司、山东丰本生物科技股份有限公司。

本标准主要起草人：孟军、韩晓日、于立宏、史国宏、兰宇、鄂洋、张伟明、陈温福、刘国顺、周建斌、马振海、张立军、刘金、蔡志远、梁永健。

生物炭基肥料

1 范围

本标准规定了生物炭基肥料的术语、定义、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和储存。

本标准适用于中华人民共和国境内生产和销售的,以作物秸秆等农林植物废弃生物质生产的生物炭为基质,添加氮、磷、钾等养分中的一种或几种,采用化学方法和(或)物理方法混合制成的生物炭基肥料。

本标准不适用于生物炭与其他有机物料混合和(或)发酵制成的肥料。

2 规范性引用文件

下列文件对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(包括所有修改单)适用于本文件。

- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 8170 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 18877 有机-无机复混肥料
- GB/T 23349 肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标
- GB/T 24890 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
- 国家质量技术监督局令第4号 产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

生物炭 biochar

以作物秸秆等农林植物废弃生物质为原料,在绝氧或有限氧气供应条件下、400℃~700℃热裂解得到的稳定的固体富碳产物。

3.2

生物炭基肥料 biochar based fertilizer

以生物炭为基质,添加氮、磷、钾等养分中的一种或几种,采用化学方法和(或)物理方法混合制成的肥料。

3.3

总养分 total primary nutrient

总氮、有效五氧化二磷和总氧化钾含量之和,以质量分数计。

4 要求

4.1 外观

黑色或黑灰色颗粒、条状或片状产品,无肉眼可见机械杂质。

4.2 生物炭基肥料各项技术指标

应符合表 1 的要求。

表 1 生物炭基肥料产品技术指标要求

项目	指标	
	I 型	II 型
总养分(N+P ₂ O ₅ +K ₂ O)的质量分数 ^a ,%	≥20.0	≥30.0
水分(H ₂ O)的质量分数 ^b ,%	≤10.0	≤5.0
生物炭(以 C 计),%	≥9.0	≥6.0
粒度(1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm) ^c ,%	≥80.0	
氯离子(Cl)的质量分数 ^d ,%	≤3.0	
酸碱度(pH)	6.0~8.5	
砷及其化合物的质量分数(以 As 计),%	≤0.005 0	
镉及其化合物的质量分数(以 Cd 计),%	≤0.001 0	
铅及其化合物的质量分数(以 Pb 计),%	≤0.015 0	
铬及其化合物的质量分数(以 Cr 计),%	≤0.050 0	
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应小于 4.0%,且单一养分测定值与标明值负偏差的绝对值不应大于 1.5%。		
^b 水分以出厂检验数据为准。		
^c 特殊形状或更大颗粒产品的粒度可由供需双方协议商定。		
^d 氯离子的质量分数大于 3.0%的产品,应在包装容器上标明“含氯”,该项目可不做要求。		

5 试验方法

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 的规定执行。

警告:试剂中采用的强酸强碱及其他腐蚀性药品,相关操作应在通风橱内进行。本标准未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

5.1 外观

目视法测定。

5.2 总氮含量的测定

按照 GB/T 17767.1 的规定执行。

5.3 有效五氧化二磷含量的测定

按照 GB/T 8573 的规定执行。

5.4 总氧化钾含量的测定

按照 GB/T 17767.3 的规定执行。

5.5 水分含量的测定

按照 GB/T 8577 或 GB/T 8576 的规定执行,以 GB/T 8577 中的方法为仲裁法。

5.6 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定

按照 GB/T 23349 的规定执行。

5.7 氯离子含量的测定

按照 GB/T 24890 的规定执行。

5.8 粒度的测定

按照 GB/T 24891 的规定执行。

5.9 酸碱度的测定

按照 GB 18877 中 5.9 的规定执行。

5.10 生物炭含量(以碳计)的测定

按照附录 A 的规定执行。

5.11 生物炭的鉴别

按照附录 B 的规定执行。

6 检验规则

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 中砷、镉、铅、铬、汞含量为型式检验项目,其余为出厂检验项目。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;
 - 正式生产时,定期或积累到一定量后,应周期性进行一次检验;
 - 国家质量监督机构提出型式检验的要求时。
- 生物炭的鉴别在国家质量监督机构提出要求或需要仲裁时进行。

6.2 组批

产品按批检验,以 1 d 或 2 d 的产量为一批,最大批量为 500 t。

6.3 采样方案

6.3.1 袋装产品

不超过 512 袋时,按表 2 确定采样袋数;超过 512 袋时,按式(1)计算结果确定采样袋数。

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

式中:

- n ——采样袋数,单位为袋;
 - N ——每批产品总袋数,单位为袋。
- 计算结果如遇小数,则四舍五入为整数。

表 2 采样袋数的确定

总袋数,袋	最少采样袋数,袋	总袋数,袋	最少采样袋数,袋
1~10	全部	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		

按表 2 或式(1)计算结果随机抽取一定袋数,用采样器沿每袋最长对角线插入至袋的 3/4 处,每袋取出不少于 100 g 样品,每批采取总样品量不少于 2 kg。

6.3.2 散装产品

按照 GB/T 6679 的规定执行。

6.4 样品缩分和试样制备

6.4.1 样品缩分

将采取的样品迅速混匀,用缩分器或四分法将样品缩分至不少于 1 kg,再缩分成两份,分装于两个洁净、干燥的 500 mL 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、产品类别、批号或生产日期、取样日期和取样人姓名。一瓶做产品质量分析,另一瓶保存两个月,以备查用。

6.4.2 试样制备

由 6.4.1 中取一瓶样品,经多次缩分后取出约 100 g,迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛(如样品潮湿或很难粉碎,可研磨至全部通过 1.00 mm 孔径试验筛),混匀收集到干燥瓶中,作成分分析用。余下样品供粒度测定。

6.5 结果判定

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

6.5.2 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。

6.5.3 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。

6.5.4 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、生物炭含量(以碳计)、本标准编号。

7 标识

7.1 应在产品包装容器正面标明产品类别(如 I 型、II 型)、配合式、生物炭含量(以碳计)。

7.2 产品如含有硝态氮,应在包装容器正面标明“含硝态氮”。

7.3 标称硫酸钾(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”的产品包装容器上不应有忌氯作物的图片。

7.4 产品外包装袋上应有使用说明,内容包括:警示语(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。

7.5 每袋净含量应标明单一数值,如 50 kg。

7.6 包装容器上应标明生物炭的生物质来源。

7.7 其余应符合 GB 18382 的要求。

8 包装、运输和储存

8.1 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 要求的条件下宜使用经济实用型包装。产品每袋净含量(50±0.5) kg、(40±0.4) kg、(25±0.25) kg 和(10±0.1) kg,平均每袋净含量分别不应低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg 和 10.0 kg。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。

8.2 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,不得以小包装形式放入包装袋中。

8.3 产品应储存于阴凉干燥处,在运输过程中应防雨、防潮、防晒和防破裂。

附 录 A
(规范性附录)
生物炭含量测定 元素分析法

A.1 方法提要

试样经水洗后用元素分析仪测定。

A.2 仪器

通常实验室用仪器和以下仪器。

- A.2.1 砂芯过滤装置,容积为 500 mL。
- A.2.2 微孔滤膜:80 μm 。
- A.2.3 恒温干燥箱,具有温度调节装置,能维持 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的温度。
- A.2.4 元素分析仪。
- A.2.5 天平:感量为 0.01 mg。
- A.2.6 抽滤设备。

A.3 试剂

本方法中所用试剂、溶液和水,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的要求。

A.4 测定

A.4.1 试样处理

做两份试料的平行测定。

称取 10 g 试样(精确至 0.001 g),置于烧杯中,分 3 次~5 次共加入 2 500 mL 水,充分搅拌 5 min 后分次移入过滤装置中抽滤,用尽量少的水将烧杯中残留的残渣全部移入过滤装置中。抽滤后的残渣置于 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 干燥箱内,待温度达到 105 $^{\circ}\text{C}$ 后,干燥 2 h,取出,在干燥器中冷却至室温后称量残渣质量。

A.4.2 生物炭含量测定

做两份试料的平行测定。

取干燥后的残渣 1 g,将其迅速研磨至全部通过 0.15 mm 孔径筛,混合均匀后,称取试样 0.1 g(精确至 0.000 01 g),用元素分析仪测定残渣中的碳含量。

A.5 分析结果的表述

生物炭基肥料样品中生物炭含量(以碳计) C_{biochar} ,数值以%表示,按式(A.1)计算。

$$C_{\text{biochar}} = C \times \frac{R}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

C_{biochar} ——样品中生物炭含量(以碳计),单位为百分率(%);

C ——水洗残渣碳含量,单位为百分率(%);

R ——水洗残渣质量,单位为克(g);

W ——样品质量,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作为测定结果。

A.6 允许差

水洗残渣碳含量平行测定结果的相对相差应 $<20\%$ 。

不同实验室测定结果的相对相差应 $<30\%$ 。

相对相差为两次测量值相差与两次测量值均值之比。

附录 B

(规范性附录)

生物炭的鉴别 扫描电子显微镜法

B.1 方法提要

根据微观结构特征鉴别生物炭。

B.2 仪器及工具

通常实验室用仪器和以下仪器。

B.2.1 扫描电子显微镜。

B.2.2 天平:感量为 0.5 g。

B.3 材料

B.3.1 导电胶。

B.4 实验条件

B.4.1 图像方式:二次电子图像。

B.4.2 二次电子图像分辨率:优于 20 nm。

B.4.3 放大倍数:30 倍~10 000 倍。

B.5 试样处理

B.5.1 取样

称取水洗后的试样 1 g,将样品均匀平铺在实验台上,用镊子在不同部位等量镊取约 10 mg(不少于 20 点)。混合均匀并平分成两个试样样品,一份为测试的代表样品,另一份为备样。

B.5.2 移样

将导电胶贴在样品座上,用剪刀剪去多余导电胶。取少量样品,均匀洒落在贴有导电胶的样品座上,用洗耳球吹去未粘牢的试样。

B.5.3 测试

将贴有试样的样品座放入仪器的样品室内,使用扫描电子显微镜观察试样的二次电子图像。在显示屏上观察时,先在较低的放大倍数下确定所观测样品位置,然后切换至较高的放大倍数,获取清晰的图像保存。

B.6 生物炭样品鉴别

如在电镜图像中能够观察到断面平齐、规律性聚集存在的植物细胞分室结构,参照生物炭图谱(图 B.1),则判断该样品含有生物炭。否则,判断该样品中不含有生物炭。典型的生物炭类似物见图 B.2。



图 B.1 代表性生物炭图谱

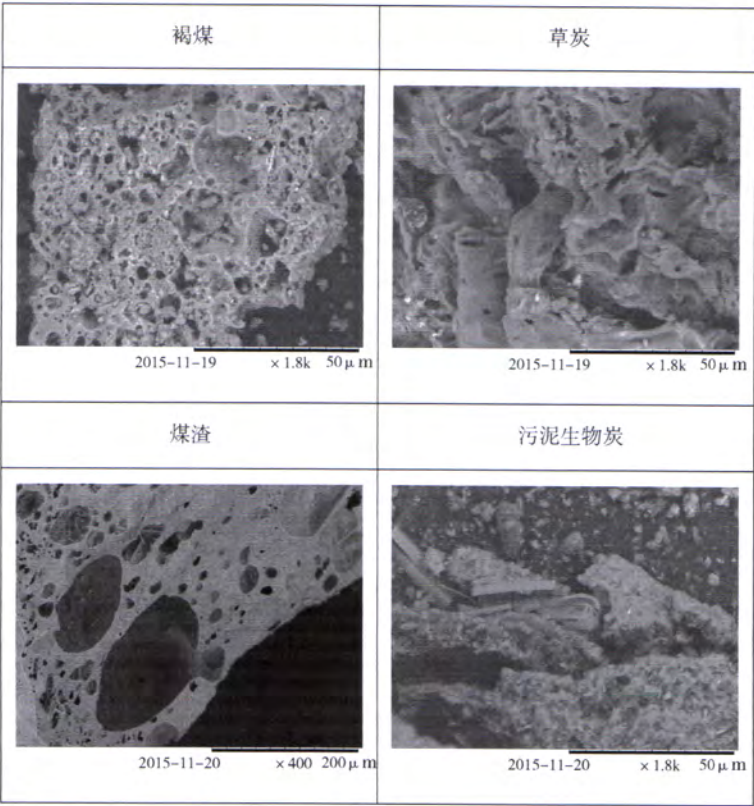


图 B. 2 代表性生物炭类似物图谱