

DB21

辽宁省地方标准

DB21/T 2398—2015

生物炭基肥料

Biochar Based Fertilizer

2015 - 01 - 05 发布

2015 - 03 - 05 实施

辽宁省质量技术监督局 发布

前 言

本标准依据GB/T 1.1-2009给出的规则编写。

本标准由辽宁金和福农业开发有限公司、沈阳农业大学辽宁省生物炭工程技术研究中心提出。

本标准由鞍山市质量技术监督局归口。

本标准起草单位：辽宁金和福农业开发有限公司、沈阳农业大学辽宁省生物炭工程技术研究中心。

本标准主要起草人：孟军，韩晓日，陈温福，刘金，陈国松，张宇红，张兴国，史国宏

生物炭基肥料

1 范围

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

本标准适用于以农林废弃物制成的生物炭为载体，根据我国不同区域土壤肥力及作物对养分的需求，科学添加适量氮、磷、钾及微量元素，调配造粒而制成的生物炭基肥料。

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 212 煤的工业分析方法

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

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 8569 固体化学肥料包装

GB/T 8572 复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

GB/T 8573 复混肥料中有效磷含量的测定

GB/T 8574 复混肥料中钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法

GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法

GB/T 12496.3 木质活性炭实验方法 灰分含量的测定

GB/T 12496.4 木质活性炭实验方法 水分含量的测定

GB/T 14540 复混肥料中铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定

GB 15063 复混肥料（复合肥料）

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB/T 19203 复混肥料中钙、镁、硫含量的测定

GB/T 22924 复混肥料（复合肥料）中缩二脲含量的测定

HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液，标准溶液，试剂溶液和指示剂溶液

NY/T 1973 水溶肥料 水不溶物含量和pH的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

生物炭

以玉米芯，玉米秸，花生壳，稻壳，小麦秸，废弃蘑菇盘（棒）等农林废弃物为原料，在有限氧气供应条件下、在400-700℃热解得到的稳定的富碳产物。

3.2

生物炭基肥料

以农林废弃物制成的生物炭为载体，根据我国不同区域土壤肥力及作物对养分需要，科学添加适量氮、磷、钾及微量元素，调配造粒而制成的生物炭基肥料。

3.3

固定碳

从测定生物炭的挥发分后的残渣中减去灰分后的残留物。

4 要求

4.1 外观

黑色颗粒

4.2 成分

表1 生物炭基肥料

项 目		指 标		
		高浓度	中浓度	低浓度
总养分（N+P ₂ O ₅ +K ₂ O）的质量分数 ^a /%	=	40	30	25
水分（H ₂ O）的质量分数/%	=	2.0	3.5	5.0
氯离子（Cl）的质量分数 ^b /%	=	3.0		
粒度（1.0mm-4.8mm或3.35mm-5.6mm）/%	=	90		
中量元素单一养分的质量分数（以单质计） ^c /%	=	2.0		
微量元素单一养分的质量分数（以单质计） ^d /%	=	0.02		
生物炭 ^f /%	=	18		

a 产品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 如产品氯离子含量大于3.0%，并在包装容器上标明为“含氯”，可不检验该项目；包装容器未标明“含氯”时，必须检验氯离子含量。

c 包装容器标明含有钙、镁、硫时检测本项目。

d 包装容器标明含有铜、铁、锰、锌、硼、钼时检测本项目。

e 缩二脲含量符合供需双方约定的要求，同时符合国家法律、法规和国家强制性标准要求。

f 当残渣试样的固定碳含量大于等于25%时，判生物炭含量测定值有效，检验方法见5.10.2。

5 检测方法

5.1 外观

目测法测定

5.2 总氮含量的测定

按GB/T 8572中规定进行测定。

5.3 有效磷的测定

按GB/T 8573中规定进行测定。

5.4 有效钾的测定

按GB/T 8574中规定进行测定。

5.5 水分的测定

按GB/T 8576中规定进行测定。

5.6 氯离子含量的测定

按GB 15063 中附录B规定进行测定。

5.7 粒度的测定

按GB 15063中附录A规定进行测定。

5.8 中量元素的测定

按GB/T 19203中规定进行测定。

5.9 微量元素含量的测定

按GB/T 14540中规定进行测定。

5.10 生物炭的测定

5.10.1 生物炭含量的测定

5.10.1.1 原理

试样与水充分混合后,用玻璃坩埚式过滤器减压过滤水溶液,以水溶液中无机碳含量和不溶性残渣中碳含量之和除以生物炭标准含碳量来表示炭基肥料中生物炭含量。

5.10.1.2 试剂

5.10.1.2.1 本标准中所用水应符合GB/T 6682 三级水的规定。

5.10.1.2.2 变色硅胶：工业用品。

5.10.1.2.3 无水氯化钙：化学纯，粒状。

5.10.1.3 仪器

5.10.1.3.1 通常实验室仪器

5.10.1.3.2 玻璃式坩埚过滤器：4号，容积为30ml。

5.10.1.3.3 减压抽滤装置。

5.10.1.3.4 干燥箱：温度可控制在 (110 ± 2) ℃。

5.10.1.3.5 元素分析仪

5.10.1.3.6 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

5.10.1.3.7 分析天平：感量0.0001g。

5.10.1.3.8 标准筛：孔径0.50mm。

5.10.1.4 分析步骤

5.10.1.4.1 样品的制备

待测样品经多次缩分后，取出约100g，将其迅速研磨至全部通过0.50mm孔径筛，混合均匀后，称取1g试样（精确至0.0002g），置于烧杯中，加入250ml水，充分搅拌3min。用预先在（110±2）℃干燥箱中干燥至恒重的玻璃坩埚式过滤器抽提，用尽量少的水将残渣全部移入过滤器中。将带有残渣的过滤器装置置于60℃恒温干燥箱中干燥至恒重，称量。

5.10.1.4.2 测定

取干燥后的残渣0.03g（精确至0.0002g），使用元素分析仪测定碳含量。

5.10.1.5 分析结果的计算

炭基肥中生物炭含量C，以质量百分数（%）表示，按式（1）计算：

$$C = \frac{M \times A \times 1000}{(1 - 1.33\%) \times 50\% \times W} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

M—干燥后残渣试样的质量，g

A—干燥后残渣试样的碳元素含量，mg/g

W—试样的质量，g

50%—标准生物炭中的碳元素含量

1.33%—可溶性碳含量占生物炭中总碳元素含量的比例

5.10.1.6 允许差

平行测定的绝对差值不大于0.4%；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.10.2 固定碳含量的测定

5.10.2.1 水分测定

5.10.2.1.1 原理

试样与水充分混合后，过滤、烘干，称取一定质量的残渣，置于干燥箱中，干燥至质量恒定，以残渣的质量损失计算水分的百分含量。

5.10.2.1.2 试剂

a) 本标准中所用水应符合GB/T 6682 三级水的规定。

b) 变色硅胶：工业用品。

c) 无水氯化钙：化学纯，粒状。

5.10.2.1.3 仪器

- a) 通常实验室仪器。
- b) 干燥箱：温度可控制在 $(150 \pm 2) ^\circ\text{C}$ 。
- c) 称量瓶：30×40mm。
- d) 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。
- e) 分析天平：感量0.0001g。
- f) 玻璃式坩埚过滤器：4号，容积为30ml。
- g) 减压抽滤装置。
- h) 标准筛：孔径为0.50mm。

5.10.2.1.4 分析步骤

a) 样品的制备

待测样品经多次缩分后，取出约100g，将其迅速研磨至全部通过0.50mm孔径筛，混合均匀后，称取40g试样（精确至0.0002g），置于烧杯中，加入1L水，充分搅拌3min。用预先在 $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$ 干燥箱中干燥至恒重的玻璃坩埚式过滤器抽提，用尽量少的水将残渣全部移入过滤器中。将带有残渣的过滤器装置置于60℃恒温干燥箱中干燥至恒重。

b) 测定

称取过滤后干燥的残渣5g（准确至0.5mg），放入预先干燥和称量过的称量瓶中，试样在称量瓶的底面厚度均匀。将称量瓶开盖后置于 $(150 \pm 2) ^\circ\text{C}$ 干燥箱中干燥至恒重（一般3h），取出称量瓶后立即盖上盖子，放入干燥器中冷却到室温，称量。

5.10.2.1.5 分析结果的计算

炭基肥中生物炭含水量 X_1 ，以质量百分数（%）表示，按式（2）计算：

$$X_1 = \frac{m - m_1}{m - m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m —原始残渣和称量瓶的质量，g

m_1 —干燥残渣和称量瓶的质量，g

m_2 —称量瓶的质量，g

5.10.2.1.6 允许差

平行测定的绝对差值不大于0.4%；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.10.2.2 灰分测定

5.10.2.2.1 原理

试样与水充分混合后，过滤、烘干，称取一定质量的残渣，于 $(650 \pm 20)^\circ\text{C}$ 下灰化数小时，用所得灰的质量与试样质量的百分数表示灰分含量。

5.10.2.2.2 试剂

- a) 本标准中所用水应符合GB/T 6682 三级水的规定。
- b) 变色硅胶：工业用品。
- c) 无水氯化钙：化学纯，粒状。

5.10.2.2.3 仪器

- a) 通常实验室仪器
- b) 高温电炉：温度可控制在 $(650 \pm 20)^\circ\text{C}$ 。
- c) 瓷坩埚：30ml。
- d) 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。
- e) 分析天平：感量0.0001g。
- f) 玻璃式坩埚过滤器：4号，容积为30ml。
- g) 减压抽滤装置。
- h) 标准筛：孔径0.071mm。

5.10.2.3.4 分析步骤

a) 样品的制备

待测样品经多次缩分后，取出约100g，将其迅速研磨至全部通过0.071mm孔径筛。称取10g试样（精确至0.5mg），置于烧杯中，加入250ml水，充分搅拌3min。用预先在 $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥箱中干燥至恒重的玻璃坩埚式过滤器抽提，用尽量少的水将残渣全部移入过滤器中。将带有残渣的过滤器装置置于 60°C 恒温干燥箱中干燥至恒重。

b) 测定

将30ml瓷坩埚置于高温电炉中，于 $(650 \pm 20)^\circ\text{C}$ 下灼烧至恒重（约1h），将坩埚置于干燥器中，冷却30min，称量。称取干燥后残渣1g（称准至0.1mg），置于30ml已灼烧至恒重的瓷坩埚中。将坩埚送入温度不超过 300°C 的高温电炉中，打开坩埚盖，逐渐升高温度，在 $650 \pm 20^\circ\text{C}$ 灰化至恒重。取出坩埚后立即盖上盖子，放入干燥器中冷却到室温，称量。

5.10.2.2.5 分析结果的计算

炭基肥中生物炭灰分含量 X_2 ，以质量百分数（%）表示，按式（3）计算：

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m —残渣试样的质量，g

m_1 —坩埚的质量，g

m_2 —残渣灰分和坩埚的质量，g

5.10.2.2.6 允许差

平行测定的绝对差值不大于0.4%；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.10.2.3 挥发分测定

5.10.2.3.1 原理

试样与水充分混合后，过滤、烘干，称取一定质量的残渣，于900℃下，隔绝空气加热7min，以减少的质量占试样质量的百分数，减去该试样的水分含量，表示挥发分含量。

5.10.2.3.2 试剂

- a) 本标准中所用水应符合GB/T 6682 三级水的规定。
- b) 变色硅胶：工业用品。
- c) 无水氯化钙：化学纯，粒状。

5.10.2.3.3 仪器

- a) 通常实验室仪器
- b) 高温电炉：温度可控制在 (900 ± 10) ℃。
- c) 挥发分坩埚：30ml。
- d) 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。
- e) 分析天平：感量0.0001g。
- f) 秒表。
- g) 玻璃式坩埚过滤器：4号，容积为30ml。
- h) 减压抽滤装置。
- i) 标准筛：孔径0.20mm。

5.10.2.3.4 分析步骤

a) 样品的制备

待测样品经多次缩分后，取出约100g，将其迅速研磨至全部通过0.20mm孔径筛。称取10g试样（精确至0.5mg），置于烧杯中，加入250ml水，充分搅拌3min。用预先在 (110 ± 2) ℃干燥箱中干燥至恒重的玻璃坩埚式过滤器抽提，用尽量少的水将残渣全部移入过滤器中。将带有残渣的过滤器装置置于60℃恒温干燥箱中干燥至恒重。

b) 测定

在预先于900℃温度下灼烧至质量恒定的带盖瓷坩埚，称取搅拌均匀的残渣试样1g（精确至0.2mg），然后轻轻震动坩埚，使样品摊平，盖上盖子，放在坩埚架上。将马弗炉预先加热至920℃左右。打开炉门，迅速将放有坩埚的架子放入恒温区，立即关上炉门并计时，准确加热7min。坩埚和架子放入后，要求炉温在3min内恢复至 (900 ± 10) ℃，此后保持在 (900 ± 10) ℃，否则此次实验作废。加热时间包括

温度恢复时间在内。加热7min后，从炉中取出坩埚，放在空气中冷却5min左右，移入干燥器中冷却至室温后称量。

5.10.2.3.5 分析结果的计算

残渣试样的挥发分含量 X_3 ，以质量百分数（%）表示，按式（4）计算：

$$X_3 = \frac{m - (m_1 - m_2)}{m} \times 100\% - X_1 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m —残渣试样的质量，g

m_1 —加热后残渣和坩埚的质量，g

m_2 —坩埚的质量，g

X_1 —残渣试样水分含量，%

5.10.2.3.6 允许差

平行测定的绝对差值不大于0.4%；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.10.2.4 固定碳的计算

残渣试样的固定碳含量 FC ，以质量百分数（%）表示，按式（5）计算：

$$FC = 100\% - X_1 - X_2 - X_3 \quad (5)$$

FC —残渣试样的固定碳含量，%

X_1 —残渣试样的水分含量，%

X_2 —残渣试样的灰分含量，%

X_3 —残渣试样的挥发分含量，%

5.10.3 缩二脲含量的测定

按GB/T 22924 进行测定。以液相色谱法为仲裁法。

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中全部项目为型式检验项目，除氯离子含量和锌含量外其余为出厂检验项目；生物炭含量的出厂检验依据以同一批产品配方投料，同一批购入的原材料，同一批量产品生产的首次投料所生产的产品检验结果为依据，以最后一次投料所生产的产品的检验结果出据出厂检验报告。型式试验项目在下列情况时应进行测定；

- 正式生产时，原料、工艺发生改变；
- 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；
- 停产四个月以上，恢复生产时亦应进行；
- 国家质量监督机构提出型式检验的要求时。

6.2 组批

产品按批检验，以同一批原材料、同一产品配方生产出的产量为一批，但最大批量不得超过1000t。

6.3 采样方案

应符合 GB 15063 复混肥料（复合肥料）6.3 采样方案。

6.4 样品缩分和试样制备

应符合 GB 15063 复混肥料（复合肥料）6.4 样品缩分和试样制备。

6.5 结果判定

应符合 GB 15063 复混肥料（复合肥料）6.5 结果判定。

7 标识

外包装上应标明生物炭含量，同时应符合 GB 18382、GB 15063 中标识要求。

8 包装、运输和储存

8.1 产品用编织袋内衬聚乙烯薄膜或内涂聚丙烯膜编织袋包装，每袋净含量允许误差 $\pm 1.0\%$ ，但平均净含量每袋不应小于 50kg、40kg、25kg、10kg。

8.2 产品在运输过程中运输车辆应干燥并有防雨、防潮、防晒、防破裂设施，装卸过程中不得用手钩或有其他可能造成产品破裂的行为。

8.3 产品应储存在阴凉、通风、干燥的仓库内产品堆放的地方应用木板垫起离开地面 30cm、离墙 50cm，堆码高度不应超过 6m。