

ICS 65.080
备案号: 12-2024

团 体 标 准

T/SZFAA 12-2024

沼液肥的技术标准及其实验室测定方法

Technical standard of biogas slurry fertilizer and its laboratory
determination method

2024- 08 - 23 发布

2024- 09- 01 实施

深圳市设施农业行业协会 发布

目录

前 言	1
1 范围	3
2 规范性引用文件	3
3 术语和定义	4
4 产品指标	4
4.1 感官指标	4
4.2 理化指标	4
5 检测方法	5
5.1 感官指标检验	5
5.2 净含量	5
5.3 理化指标	5
5.3.1 肥液中碳含量的测定（重铬酸钾容量法）	5
5.3.2 种子发芽指数（GI）	8
5.3.3 有害气体浓度	10
5.3.4 氮磷钾含量的测定	10
6 检验规则	10
7 包装与运输	10

前言

沼液是环境的重要污染源。沼液对环境和农作物产生危害的物质主要是：大分子水溶有机物，其中的碳以MDOC表示；以及厌氧发酵产生的甲烷、硫化氢、氨气等有害气体。

同时，沼液可分解成优质沼液肥，其中的碳用AOC表示，用碳计量。沼液肥的卫生 and 安全性高，可用于任何农作物，广泛适用于大田种植和设施农业，还可用于水产养殖和盐碱地改良。因此，开发沼液肥不仅可实现农业废弃物零排放，还可大幅度提高农产品品质。

为规范沼液肥生产与使用，本标准制定了沼液肥无害化的安全指标，以及有机碳养分、理化指标等。生产商须按本标准标示有机碳养分和无机养分的等级作为计价和用量的依据，有利于沼液养分的充分再利用。

本标准遵照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

本标准适用于有机肥料中有机养分优劣的辨别判定。

本标准的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本标准由深圳市设施农业行业协会（SZFAA）制定发布，版权归SZFAA，其他机构采用本标准的技术内容制定标准需经SZFAA允许；任何单位或个人引用本标准内容需指明本标准的标准号。

本标准由福建绿洲生化有限公司等单位提出，由深圳市设施农业行业协会归口管理。

本标准起草单位：福建绿洲生化有限公司、深圳市设施农业行业协会、中电建生态环境集团有限公司、根力多生物科技股份有限公司、武汉楚强生物科技有限公司、深圳信息职业技术学院、深圳市睿杰金宝科技有限公司、内蒙古两宜生物科技集团有限公司。

本标准起草人：李瑞波、李钶、李彬、黄鹏、朱昌雄、吴少全、林春鸿、陈娇、韩婧、吴启保、苏智、黄鲲、张静。

参与本标准的标审单位：华南农业大学环境学院、广东省农业科学院农业资源与环境研究所、广西大学化学化工学院、广东省林业科学研究院、生态环境部南京环境科学研究所、哈工大深圳土木与环境工程学院、深圳市设施农业行业协会学术与国际交流会、深圳市现代农业装备研究院。

参与本标准的标审专家：廖宗文、刘忠珍、李群良、李小川、谭金芳、潘灿平、邓绍坡、孙飞云、夏广志、熊征。

沼液肥的技术标准及其实验室测定方法

1 范围

本标准规定了沼液肥术语和定义、要求、有害物质限量、采样及分析方法。

本标准适用于经处理后的沼液肥在农田中的使用。

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 40750	农用沼液
GB/5084	农田灌溉水质标准
GB/T 601	化学试剂滴定分析(容量分析)用标准溶液制备
GB/T 6920	水质 pH 值的测定玻璃电极法
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
GB13690	化学品分类和危险性公式通则
GB/T19524.2	肥料中蛔虫卵死亡率的测定
GB/T19524.1	肥料中粪大肠菌群值的测定
GB/T 23349	肥料中汞、砷、镉、铅、铬的测定
GB/T24774	化学品分类和危险性象形图标识通则
HJ497	畜禽养殖业污染治理工程技术规范
NY/T 525	有机肥料
NY/T 887	液体肥料密度的测定
NY/T 1973	水溶肥料水不溶物含量和 pH 的测定
NY/T 1976	水溶肥料有机质含量的测定
NY/T 1977	水溶肥料总氮、磷、钾含量的测定
NY 1110	水溶肥料汞、砷、镉、铅、铬的限量要求

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

a) 沼液：沼气池排出的废液。

b) 沼液肥：以沼液经微生物或化学分解加工后，消除了有害物质，保留了营养物质，经固液分离均一化后可以作液体肥使用的产品。沼液肥主要养分指标就是小分子有机碳中的碳，也即生物有效碳（Available organic carbon），用 AOC 表示。沼液肥中还包含少量的氮磷钾养分以及微量的中微量元素。

c) 水溶有机碳：沼液肥中的水溶性含碳物质，即水溶有机碳（Dissolved organic carbon），用 DOC 表示。

d) 大分子水溶有机碳：可溶于水但不易被植物根系吸收的有机碳，其中的碳即大分子水溶有机碳（Macro-molecule dissolved organic carbon），用 MDOC 表示。

e) 小分子水溶有机碳：可溶于水，易被植物根系吸收的有机碳，其中的碳即生物有效碳（Available organic carbon），简称有效碳（AOC）。

f) 种子发芽指数：种子发芽指数（Germination index）用 GI 值表示，是评价堆肥产品清水浸出液对种子活力抑制程度的直接快速可靠的生物实验方法。在浸出液碳浓度统一为 0.04%，即对种子正效应强度一致的情况下，GI 值低是生物毒性高，GI 值高是生物毒性低，纯清水生物毒性最低，GI 值为 100%。

4 产品指标

4.1 感官指标

应为粉红色或茶褐色，较浓时为深棕色，清亮透彻的流动性液体，有微量沉淀，稍有酸味、无恶臭。

4.2 理化指标

沼液肥的质量要求与检测方法见表 1、表 2。

表 1 沼液肥的技术指标要求与检测方法

项目类别	技术指标	检测依据
肥液中的碳浓度（以 C 元素计），（mg/L）	无下限	5.3.1
0.04%碳浓度水液种子发芽指数（GI）	≥70%	5.3.2
酸碱度（pH 值）	5.5~8.5	GB/T 6920
水不溶物，（g/L）	≤50	NY/T 1973
无机养分（N+P ₂ O ₅ +K ₂ O）（mg/L）	无下限	NY/T 1977
注：无下限的指标，供应商必须标示实测值作为计价依据。		

表 2 沼液肥有害指标限量要求与检测方法

项目类别		技术指标	检测依据
蛔虫卵死亡率, %		≥95	GB/T19524.2
粪大肠杆菌 (个/mL)		≤10	GB/T19524.1
有害气体浓度	甲烷 (CH ₄) / (vol)	≤0.05%	5.3.3
	硫化氢 (H ₂ S) / (ppm)	≤0.5	
	氨气 (NH ₃) / (ppm)	≤0.5	
总砷 (以 As 计) / (mg/L)		≤0.3	GB5084
总铬 (以六价 Cr 计) / (mg/L)		≤1.3	GB5084
总镉 (以 Cd 元素计) / (mg/L)		≤0.04	GB5084
总铅 (以 Pb 元素计) / (mg/L)		≤1.2	GB5084
总汞 (以 Hg 元素计) / (mg/L)		≤0.4	GB5084

5 检测方法

5.1 感官指标检验

将样品置于清洁卫生的白瓷盘中或透明试管中, 在正常光线下, 用感官的方法进行检验与判定。

5.2 净含量

罐车运输以总重减去空车重量为计量方法; 管道输送以液体流量计表指示进行计量。

5.3 理化指标

5.3.1 肥液中碳含量的测定 (重铬酸钾容量法)

5.3.1.1 方法原理

用定量的重铬酸钾—硫酸溶液, 在外加热条件下, 使沼液肥中的有机化合物中的碳氧化, 多余的重铬酸钾用硫酸亚铁标准溶液滴定, 同时以试剂空白为基准, 根据氧化前后氧化剂消耗量, 计算样品中的碳含量, 然后通过质量浓度的换算得到肥液中碳的质量浓度。

5.3.1.2 设备、仪器

实验室常用仪器、设备

5.3.1.3 试剂及制备

5.3.1.3.1 二氧化硅：粉末状

5.3.1.3.2 浓硫酸(H_2SO_4 , $\rho = 1.84\text{g}/\text{cm}^3$, 化学纯)5.3.1.3.3 重铬酸钾 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 标准溶液: $c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.1000\text{mol}/\text{L}$

称取经过 120°C 烘至恒重的重铬酸钾（基准试剂）4.903g，先用少量水溶解，然后移入 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀备用。

5.3.1.3.4 重铬酸钾溶液: $c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1\text{mol}/\text{L}$ 。

称取重铬酸钾 49.031g，先用少量水溶解，然后转移入 1L 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀备用。

5.3.1.3.5 硫酸亚铁 (FeSO_4) 滴定溶液:

称取硫酸亚铁 27.8g 溶于 600mL~800mL 水中，加硫酸（5.3.1.3.2）20mL，稀释定溶至 1L，摇匀备用。此溶液的准确浓度以 0.1000mol/L 重铬酸钾标准溶液（5.3.1.3.3）标定，现用现标定。

硫酸亚铁滴定溶液的标定：吸取重铬酸钾标准溶液（5.3.1.3.3）20.00mL 加入 150mL 三角瓶中，加硫酸（5.3.1.3.2）10mL 和 70mL 蒸馏水，再加入 3 滴~5 滴邻啡罗啉指示剂（5.3.1.3.6），用硫酸亚铁标准溶液（5.3.1.3.5）滴定，根据硫酸亚铁标准溶液滴定时的消耗量按式（1）计算其准确浓度 c ：

$$C = \frac{C_1 \times V_1}{V_2}$$

.....(1)

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 ——吸取重铬酸钾标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——滴定时消耗硫酸亚铁标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

5.3.1.3.6 邻啡罗啉指示剂

称取硫酸亚铁（分析纯）0.695g 和邻啡罗啉（分析纯）1.485g 溶于 100mL 的水，摇匀备用，此指示剂易变质，应密闭保存于棕色瓶中。

5.3.1.4 试样溶液的制备

5.3.1.4.1 液体试样：液体样品经多次摇动后，迅速取出约 100mL，置于洁净、干燥容器中，并从中称取试样 1.8g~2.2g（精确至 0.0001g）置于 250mL 三角瓶中，加入 80mL 去离子水，于瓶口插上小玻

璃漏斗，混匀，置于水浴恒温震荡锅中 100℃ 下振荡 0.5 小时，取出冷却，用去离子水定容到 250mL 容量瓶中，混匀，使用孔径为 650 纳米的有机滤膜干过滤，弃去最初的 10mL，取滤液备用。

5.3.1.5 测定步骤

吸取 5.0mL 滤液（5.3.1.4.1）于 200mL 磨口三角瓶中，加入 2.0mL 重铬酸钾溶液（5.3.1.3.4），缓慢加入 10.0ml 浓硫酸（5.3.1.3.2）。加一弯颈小漏斗，置于沸水中，待沸水沸腾后计时，保持 30min。取出冷却至室温，用少量水冲洗小漏斗，洗液承接于三角瓶中，加水至 100mL 左右。

向三角瓶中加入 3 滴~5 滴邻啡啉指示剂（5.3.1.3.6），用硫酸亚铁标准溶液（5.3.1.3.5）滴定至终点时，溶液由绿色变成暗绿色。再逐滴加入硫酸亚铁标准溶液直至生成砖红色为止。如果滴定试样所用的硫酸亚铁标准溶液的用量不到空白试验所用硫酸亚铁标准溶液用量的 1/3 时，则应减少称样量，重新测定。

以 5.0mL 蒸馏水代替试样溶液，其他步骤同试样溶液的测定，两次空白试验的滴定绝对差值 ≤ 0.06mL 时，才可取平均值，代入计算公式。

5.3.1.6 分析结果的表述

碳含量以所取液体肥料的质量分数 ω (%) 表示，按式（2）计算：

$$\omega = \frac{C \times (V_0 - V) \times 0.003 \times D}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- C——标定标准溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- V_0 ——空白试验时，消耗标定标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- V——样品测定时，消耗标定标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- 0.003——四分之一碳原子的摩尔量，单位为克每摩尔（g/mol）；
- m——所取样品量，单位为克（g）；
- D——测定时试样溶液的稀释倍数；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留小数点后三位有效数字。

5.3.1.7 质量浓度的换算

沼液肥中有效碳含量 ρ 以质量浓度 (g/L) 表示, 按式(3) 计算:

$$\rho = 1000\omega\rho_0 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

ω ——试样中有效碳的质量分数, 以百分数表示;

ρ_0 ——液体试样的密度, 单位为克每毫升 (g/mL) 。

密度的测定按 NY/T 887 的规定执行. 结果保留小数点后三位有效数字。

5.3.1.8 允许差

平行测定结果的相对相差应符合表 3 的要求

表 3

有效碳的质量分数, %	≤2.00	>2.00
绝对差值, %	≤0.8	≤1.0

不同实验室测定结果的绝对差值应符合表 4 的要求。

表 4

有效碳的质量分数, %	≤2.00	>2.00
绝对差值, %	≤1.5	≤2.0

5.3.2 种子发芽指数 (GI)

5.3.2.1 方法原理

有机碳养分是肥料中可水溶可被植物吸收利用的小分子有机碳. 该养分含量的高低决定有机肥力的高低。在沼液肥或其稀释液中碳浓度为0.04%时, 种子发芽指数有比较准确的指向性, 种子发芽指数在70%或以上者为合格, 说明其中所含有机碳基本为AOC; 种子发芽指数在70%以下者为不合格, 说明其中所含有机碳基本为MDOC。

检测所用种子规定为萝卜种子。

5.3.2.2 设备、仪器

实验室常用仪器、设备、药品，培养皿、定性滤纸、水（应符合GB/T6682中三级水的规定）、往复水平振荡机、恒温培养箱、游标卡尺。

5.3.2.3 试验步骤

称取适量试样（鲜样），置于 250 mL 锥形瓶中，①若样品中含碳浓度小于 400mg/L，不必稀释，②若样品中含碳浓度大于 400mg/L，则用去离子水稀释至碳浓度为 400mg/L，盖紧瓶盖后垂直固定于往复水平振荡机上，调节频率 100 次/min，振幅不小于 40mm，在 25℃下震荡 1h，取下静置 0.5h 后，取上清液于预先安装好滤纸的过滤装置上过滤，收集过滤后的浸提液，摇匀后供分析用。滤液当天使用，或在 0℃~4℃环境中保存不超过 48 h。

在 9 cm 培养皿中放置 1 张或 2 张定性滤纸，其上均匀放入 10 粒大小基本一致、饱满的种子（未包衣），加入供试样浸提液（碳浓度 0.04%）10 mL，盖上培养皿盖，在（25±2）℃的培养箱中避光培养 48h，统计发芽种子的粒数，并用游标卡尺逐一测量主根长。

以蒸馏水作对照，做空白试验。

5.3.2.4 分析结果的表述

种子发芽指数（GI），以%表示，按公式（4）计算。

$$GI = \frac{A_1 \times A_2}{B_1 \times B_2} \times 100$$

.....(4)

式中：

A_1 ——沼液肥或其稀释液培养的种子中发芽粒数占放入总粒数的百分比，单位为百分号（%）；

A_2 ——沼液肥液或其稀释液培养的全部种子的平均根长数值单位为毫米（mm）；

B_1 ——水培养的种子中发芽粒数占放入总粒数的百分比，单位为百分号（%）；

B_2 ——水培养的全部种子的平均根长数值，单位为毫米（mm）。

5.3.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果，计算结果保留到小数点后 1 位。平行分析结果的绝对差值不大于 5.0%。

5.3.2.6 结果分析

按上述步骤和计算方式得出 GI 值后，GI 值大于等于 70%，则待测肥料判定为合格，其中所含的水

溶性有机碳为小分子水溶性有机碳；如 GI 值小于 70%，则待测肥料判定为不合格，其中所含的水溶性有机碳为大分子水溶性有机碳。

5.3.3 有害气体浓度

以甲烷、硫化氢、氨气为监测目标，将待测液体取 300 毫升装入 500mL 三角瓶中，在 25℃ 下密封静置 4 小时后，使用气体检测仪（具进口传感器，可测定甲烷、硫化氢、氨气）在三角瓶口中开封时立即于瓶口处测定各有害气体含量。读取气体检测仪检测数据，分别得到待测液体中有害气体甲烷、硫化氢、氨气的算术平均浓度。

5.3.4 氮磷钾含量的测定

参照 NY/T1977 标准规定执行。

6 检验规则

6.1 沼液肥由排放或生产企业的质量监督检验部门进行取样检验，排放或生产企业应保证所有用于农田生产的沼液肥符合本标准要求。

6.2 使用单位可按本文件的检验规则和检测方法对所收到的沼液肥进行检验，检验其指标是否符合本标准要求。

6.3 沼液肥的质量检验，以从养殖场开始饲养同一种类畜禽至该批次养殖结束为一批次。

6.4 沼液肥采用批次检验，每批次应检测全部质量要求指标，符合所有规定指标判定为合格。

7 包装与运输

由于沼液肥含水率达 99% 左右，不宜按一般肥料的包装在肥料市场层层转运销售，大概率会以制造商在半径几十公里范围内以罐车或管道向用户直销，因此提倡将沼液肥《判定标准和检测结果表》随商品提交用户和当地质量监督部门。如将沼液肥进行浓缩为高浓度液体则可作为精细化包装肥料，需另行制定相应的标准规定。



深圳市设施农业行业协会团体标准
沼液肥的技术标准及其实验室测定方法

T/SZFAA 12-2024

*

深圳市设施农业行业协会 编制

深圳市设施农业行业协会 发行

地址：深圳市宝安区新安街道大浪社区新安三路2号海关大厦A栋南头海关1709

邮编：518000

网址：www.szfaaw.com

*

开本：210X297(mm) 印张：11页 字数：5326

2024年8月第一版 2024年8月第一次印刷

版权专有 不得翻印