

ICS 65.020.20

CCS B16

团体标准

T/HSPP0015—2024

含褐藻寡糖大量元素水溶肥料

Alginate oligosaccharides water-soluble macronutrient fertilizers

(发布稿)

2024-01-20发布

2024-02-20实施

湖北省植物保护学会 发布

目 次

前 言	1
1、范围	1
2、规范性引用文件	1
3、术语与定义	2
4、技术要求	2
5、试验方法	4
6、检验规则	6
7、标识	6
8、包装、运输和储存	7
附录 A 大量元素水溶肥料中褐藻寡糖含量的测定	8

前 言

本文件按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由武汉光华时代生物科技有限公司提出。

本文件由湖北省植物保护学会归口。

本文件起草单位：武汉光华时代生物科技有限公司、国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司、湖北宜化磷化工有限公司、云南农家乐农业有限公司、华强化工集团股份有限公司、武汉市沃农肥业有限公司、湖北省黄麦岭生物科技有限责任公司、湖北恩施壮农业科技有限公司、贵州赤天化桐梓化工有限公司、江苏华昌化工股份有限公司、湖北茂盛生物有限公司、沃达农业科技股份有限公司、湖北鄂中生态工程股份有限公司、武汉博润科技有限公司、河南心连心化学工业集团股份有限公司、武汉绿之缘生物科技有限公司、内蒙古蒙特利尔农业发展有限公司、湖北农科谷生态科技有限公司、山西联新生物科技有限公司、武汉大康润土作物保护有限公司、襄阳维恩生物科技有限公司、湖北富贵象农业科技有限公司、河南曹氏天正生物技术有限公司、四川金象赛瑞化工股份有限公司、安琪酵母股份有限公司。

本文件主要起草人：曾庆苗、彭伟、董广峰、韩春晓、陈祖林、丁天鹏、杨章福、张小卓、郭卫红、谢春娇、程艳、万国华、梅亮贤、李吉、刘德锐、于庆梅、章涛、付国、李晓、潘望明、邱鸿栓、陈艳、高波、耿文超、艾新帅、杜川、徐亮、陈路、马雪、杨星波、张金兰、李亚飞、吕文博、金利容、刘模发、廉宏伟、刘国荣、骆威、卢剑、郑文杰、豆永康、王兴、曹猛、张妞、陈刚、曾茂、卢浩闻、陈琼。

含褐藻寡糖大量元素水溶肥料

1、范围

本文件规定了含褐藻寡糖大量元素水溶肥料的术语和定义、技术要求、取样、试验方法、检验规则、标识和质量证明书、包装、运输和贮存。

本文件适用于含有适量褐藻寡糖的大量元素水溶肥料。

2、规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 190	危险货物包装标志
GB/T 191	包装储运图示标志
GB/T 3597	肥料中硝态氮含量的测定 氮试剂重量法
GB/T 6679	固体化工产品采样通则
GB/T 6680	液体化工产品采样通则
GB/T 6682	分析实验室用水规格和检验方法
GB/T 8170	数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 8569	固体化学肥料包装
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 18382	肥料标识内容和要求
NY/T 887	液体肥料密度的测定
NY/T 1108	液体肥料包装技术要求
NY 1110	水溶肥料 汞、砷、镉、铅、铬的限量要求
NY/T 1117	水溶肥料 钙、镁、硫、氯含量的测定
NY/T 1972	水溶肥料 钠、硒、硅含量的测定
NY/T 1973	水溶肥料 水不溶物含量和pH值的测定
NY/T 1974	水溶肥料 铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定
NY/T 1975	水溶肥料 游离氨基酸含量的测定
NY/T 1977	水溶肥料 总氮、磷、钾含量的测定
NY/T 1978	肥料 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定
NY/T 19798	肥料和土壤调理剂标签及标明值判定要求
NY/T 2670-2020	尿素硝酸铵溶液及使用规程
NY/T 3036	肥料和土壤调理剂 水分含量、粒度、细度的测定

《定量包装商品计量监督管理办法》（国家质量监督检验检疫总局令（2005）第75号）

3、术语与定义

下列术语与定义适用于本文件。

3.1 褐藻寡糖 Alginate Oligosaccharides, AOS

由古罗糖醛酸和（或）甘露糖醛酸通过 1,4-糖苷键连接而成的聚合度为2~20 的低聚糖及其盐。

3.2 褐藻寡糖的含量 Content of AOS

含褐藻寡糖的大量元素水溶肥料产品中褐藻寡糖的含量。

3.3 含褐藻寡糖大量元素水溶肥料 AOS water-soluble macronutrient fertilizers

含有适量褐藻寡糖及氮、磷、钾等元素的水溶性肥料。

4 技术要求

4.1 外观

均匀的液体或固体。液体无明显沉淀和杂质。固体分粉状和颗粒，无明显机械杂质。

4.2 技术指标

含褐藻寡糖大量元素水溶肥料产品应符合表1的技术指标。

表 1 含褐藻寡糖水溶肥料的技术指标

项目		固体产品	液体产品
大量元素含量 ^a	≥	50.0%	400 克/升
水不溶物含量	≤	1.0%	10 克/升
水分（H ₂ O）含量 ^b	≤	3.0%	/
褐藻寡糖含量	≥	0.1%	1 克/升
缩二脲含量 ≤		0.9%	9 克/升
	未标“含氯”的产品 ≤	3.0%	30 克/升
氯离子 %	标识“含氯(低氯)”的产品 ≤	15.0%	150 克/升
	标识“含氯(中氯)”的产品 ≤	30.0%	300 克/升

a. 大量元素含量是指N、P₂O₅、K₂O的含量之和，产品应至少包含其中2种大量元素。单一大量元素含量不低于4.0%或40克/升；各单一大量元素的测定值与标明值之间的负偏差的绝对值应不大于1.5%或15克/升。

b. 水分以生产企业出厂检验数据为准。

c. 氯离子含量大于30.0%或300克/升的产品，应在应在包装袋上标明“含氯（高氯）”，标识“含氯（高氯）”字样的产品，氯离子的质量分数可不作检验和判定。

**4.3
有毒**

有害物质的限量要求

含褐藻寡糖大量元素水溶肥料中汞、砷、镉、铅、铬限量指标应符合NY 1110的要求。

4.4 产品中若添加中量元素养分，须在包装标识注明产品中所含单一中量元素含量、中量元素总含量。

—— 中量元素含量指钙、镁元素含量之和，产品应至少包含其中一种中量元素。

—— 单一中量元素含量不低于0.1%或1g/L。

—— 单一中量元素含量低于0.1%或1g/L，不计入中量元素含量总含量。

—— 当单一中量元素标明值不大于2.0%或20 g/L时，各元素测定值与标明值负相对偏差的绝对值应不大于40%；当单一中量元素标明值大于2.0%或20 g/L时，各元素测定值与标明值负偏差的绝对值应不大于1.0%或10 g/L。

4.5 产品中若添加微量元素养分，须在包装标识注明产品中所含单一微量元素含量、微量元素总含量。

—— 微量元素含量指铜、铁、锰、锌、硼、钼元素含量之和，产品应至少包含其中一种微量元素。

—— 单一微量元素含量不低于0.05%或0.5 g/L；钼元素含量不高于0.5%或5 g/L。

—— 单一微量元素含量低于0.05%或0.5 g/L，不计入微量元素含量总含量。

—— 当单一微量元素标明值不大于2.0%或20 g/L时，各元素测定值与其标明值正负相对偏差的绝对值应不大于40%；当单一微量元素标明值大于2.0%或20 g/L时，各元素测定值与其标明值正负偏差的绝对值应不大于1.0%或10 g/L。

4.6 固体大量元素水溶肥料产品若为颗粒形状，粒度(1.00 mm~4.75 mm或3.35 mm~5.60 mm)应≥90%；特殊形状或更大颗粒（粉状除外）产品的粒度可由供需双方协议确定。

5 试验方法

5.1 外观

目视法测定。

5.2 总氮含量的测定

按 NY/T 1977 的规定执行。

5.3 磷含量的测定

按 NY/T 1977 的规定执行。

5.4 钾含量的测定

按 NY/T1977 的规定执行。

5.5 钙含量的测定

按 NY/T 1117 的规定执行。

5.6 镁含量的测定

按 NY/T 1117 的规定执行。

5.7 硫含量的测定

按 NY/T1117 的规定执行。

5.8 铜含量的测定

按 NY/T1974 的规定执行。

5.9 铁含量的测定

按 NY/T 1974 的规定执行。

5.10 锰含量的测定

按 NY/T 1974 的规定执行。

5.11 锌含量的测定

按NY/T 1974的规定执行。

5.12 硼含量的测定

按NY/T 1974的规定执行。

5.13 钼含量的测定

按NY/T 1974的规定执行。

5.14 氯离子含量的测定

按NY/T 1117的规定执行。

5.15 钠含量的测定

按NY/T 1972的规定执行。

5.16 pH 的测定

按NY/T 1973的规定执行。

5.17 水不溶物含量的测定

按NY/T 1973的规定执行。

5.18 水分含量的测定

按GB/T 8576或GB/T 8577的规定执行。

5.19 粒度的测定

按NY/T 3036的规定执行。

5.20 液体肥料密度的测定

按 NY/T 887的规定执行。结果用于液体产品质量浓度的换算。

5.21 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定

按NY/T 1978的规定执行。

5.22 缩二脲含量的测定

按 NY/T 2670 附录A的规定执行，以高效液相色谱法为仲裁方法；称取0.2~2g（精准至0.001g）试样用于测定。

5.3 褐藻寡糖含量的测定

按附录A的规定执行。

6 检验规则

6.1 企业应该对产品进行检验。生产企业应保证所有的销售产品均符合本标准的要求。每批产品应附有质量证明书，其内容按标识规定执行。

6.2 产品按批检验，以一次配料为一批，最大批量为500t。

6.3 固体或散装产品采样按GB/T6679 的规定执行。液体产品采样按GB/T 6680的规定执行。

6.4 将所采样品置于洁净、干燥的容器中，迅速混匀。取固体样品1000g 或液体样品1000mL, 分别分装于2个洁净、干燥的容器瓶中，密封并贴上标签，注明生产企业名称、批号或生产日期、采样日期、采样人姓名等。其中一瓶用于产品质量分析，另一瓶应保存至少2个月，以备复验。

6.5 固体样品经多次缩分后，取出约100g，将其迅速研磨至全部通过0.50mm 孔径筛（如样品潮湿，可通过1.00mm 的筛子），混合均匀，置于洁净、干燥的容器中，用于成分测定分析。颗粒形状固体产品应另缩分出足够样品供粒度测定用。

6.6 液体样品经多次摇动后，迅速取出约100mL, 置于洁净、干燥的容器中，用于测定。

6.7 生产企业进行检验时，如果检验结果有一项或一项以上指标不符合本标准要求，应重新加倍采样批中采样进行复验。复验结果有一项或一项以上指标不符合本标准要求，则整批产品不应被验收合格。

6.8 产品质量合格判定，采用GB/T 8170 “修约值比较法”。

7 标识

7.1 产品包装至少应载明：产品通用名称、肥料登记证号、执行标准号、剂型、技术指标要求、限量指标要求、使用说明、注意事项、包装规格、批号或生产日期、商标、企业名称、生产地址、联系方式等。

7.2 应注明大量元素含量之和的最低标明值和各单一大量元素含量的标明值。

7.3 产品中若添加中量元素养分，必须在包装容器上标识注明产品中所含中量元素含量之和的最低标明值以及各单一中元素含量的标明值。

7.4 产品中若添加微量元素养分，必须在包装容器上标识注明产品中所含微量元素含量之和的最低标明值及各单一微量元素含量的标明值。

7.5 氯离子含量大于3.0%或30g/L的产品，按照条款4.2的表1要求，应明确标识注明“含氯（低氯）”、“含氯（中氯）”或“含氯（高氯）”。

7.6 应注明钠元素含量的标明值。

——当钠元素标明值为“钠（Na） \leq 3.0% 或 30g/L”时，其测定值应不大于3.0%或30g/L。

——当钠元素标明值大于3.0%或 30g/L时，其测定值与标明值正负偏差的绝对值应不大于1.5% 或15 g/L。

7.7 应注明pH的标明值。pH测定值与标明值正负偏差的绝对值不大于1.0。当pH的标明值小于3.0或者大于9.0时，需标识警示和专门使用说明。

7.8 颗粒状固体产品粒度的最低标明值。粒度的测定值应符合其最低标明值要求。

7.9 产品不得含有国家明令禁止的添加物或添加成分。

7.10 若加入或标示含有其他添加物，生产者应有足够的证据，证明添加物安全有效。应标明添加物的名称和含量，不得将添加物的含量与养分相加。

7.11 产品外包装上使用说明应包括但不限于以下内容：警示语（如“氯离子或钠离子含量较高、含缩二脲，使用不当会对作物造成伤害等”）、注意事项、使用方法、适宜作物或适宜土壤（区域）及不适宜作物或不适宜土壤（区域）、建议使用量等。

7.12 其余应符合GB 18382和 NY/T1979 的要求。

8 包装、运输和储存

8.1 固体产品最小销售包装每袋（瓶）净含量应不低于100g；若进行分量包装，应标明其净含量；其余按 GB/T8569 的规定执行。液体产品包装按NY/T 1108 的规定执行。净含量按《定量包装商品计量监督管理办法》的规定执行。

8.2 在销售包装容器中的物料应混合均匀，不应附加其他成分小包装物料。

8.3 产品运输和储存过程中应防潮、防晒、防破裂，警示说明按GB 190和 GB/T 191的规定执行。

。

附录（规范性）

水溶肥料中褐藻寡糖含量测定

1、范围

本标准规定了褐藻寡糖含量的测定的术语和定义、原理、仪器、试剂、测定方法。

本标准适用于添加褐藻寡糖（AOS）的大量元素水溶性肥料。

2、术语和定义

下列术语和定义适用于本文件

2.1 褐藻寡糖 Alginate Oligosaccharides, AOS

由古罗糖醛酸和（或）甘露糖醛酸通过 1, 4-糖苷键连接而成的聚合度为2~20 的低聚糖及其盐。

2.2 褐藻寡糖的含量 Content of AOS

含褐藻寡糖大量元素水溶肥料产品中褐藻寡糖的含量。

3、原理

在沸水浴的条件下，利用含四硼酸钠的硫酸溶液将待测样品中的褐藻寡糖彻底水解，生成糖醛酸。糖醛酸可与间羟联苯试剂发生衍生化反应，生成紫红色物质，在波长为525 nm处有吸收。在吸收值为 0~1.0 的范围内，该紫红色物质的吸收值与糖醛酸 浓度呈线性关系，通过计算可得到待测样品中糖醛酸的浓度和总质量。

4、仪器

4.1 分光光度计。

4.2 分析天平：感应量为 0.0001 g。

4.3 电子天平：感应量为 0.01 g。

4.4 水浴锅。

4.5 漩涡混合振荡器。

4.6 恒温干燥箱。

4.7 离心机（10000 r/min 以上）。

4.8 量筒

4.9 容量瓶

5、试剂

5.1 纯净水。

5.2 浓硫酸：分析纯。

5.3 半乳糖醛酸：色谱纯，纯度 $\geq 98\%$ 。

5.4 氢氧化钠：分析纯。

5.5 十水合四硼酸钠：分析纯。

5.6 间羟联苯：优级纯，纯度 $\geq 98\%$ 。

5.7 0.1g/L半乳糖醛酸标准溶液：将0.10 g半乳糖醛酸用200 mL~300 mL去离子水在烧杯中溶解，再将溶解后的溶液移入 1 L 容量瓶中，加去离子水至容量瓶的刻度线。

5.8 120mM四硼酸钠-硫酸溶液：将 4.576 g 十水合四硼酸钠用50 mL~60 mL 浓硫酸在烧杯中溶解，再将溶解后溶液移入100 mL容量瓶中，加浓硫酸至容量瓶刻度线。

5.9 0.5%（w/v）氢氧化钠溶液：将0.50 g氢氧化钠用50 mL~60 mL纯净水在烧杯中溶解，再将溶解后溶液移入 100 mL 容量瓶中，加纯净水至容量瓶刻度线。

5.10 0.15%（w/v）间羟联苯试剂：将0.15 g间羟联苯用50 mL~60 mL 上述 氢氧化钠溶液在烧杯中溶解，再将溶解后溶液移入100 mL 容量瓶中，加上述氢氧化钠溶液至容量瓶刻度线，置于棕色瓶中，阴暗处保存。

6、 操作步骤

6.1 待测样品的预处理

待测样品为固体，按下述步骤直接检测样品中褐藻寡糖的含量。待测样品为液体，需先利用恒温干燥箱将液体进行干燥处理，然后再按下述步骤对样品中褐藻寡糖的含量进行检测。

6.2 标准曲线制作

6.2.1 取10 mL带塞试管，分别加入0 mL，0.1 mL，0.2 mL，0.3 mL，0.4 mL 半乳糖醛酸标准溶液（5.7），利用去离子水将每个试管中溶液的总体积定容为0.4 mL，置于漩涡混合振荡器上振荡30s，得到浓度分别为0 μ g/mL，25 μ g/mL，50 μ g/mL，75 μ g/mL，100 μ g/mL的半乳糖醛酸梯度溶液。

6.2.2 将上述试管置于冰水浴中预冷3 min~5 min，然后在每个试管中缓慢加入2.4 mL 四硼酸钠-硫酸溶液（5.8），加盖后置于漩涡混合振荡器上振荡30s。随后将试管置于沸水浴中反应20 min，反应结束后将试管冷却至室温。

6.2.3 在每个试管中分别加入80 μ L 间羟联苯试剂（5.10），置于漩涡混合振荡器上振荡30s，室温放置10 min。

6.2.4 利用分光光度计测量525nm 波长下的吸收值（A_{525nm}）。

6.2.5 以半乳糖醛酸的浓度为横坐标，以A_{525nm}为纵坐标，制作标准曲线。

6.3 待测样品中褐藻寡糖含量的测定

6.3.1 准确称取待测样品重量（褐藻寡糖的含量的指导范围为0.05-0.10 g），用600-800 mL 纯净水在烧杯中溶解，再将溶解后溶液转移到1L 的容量瓶中，用纯净水至容量瓶刻度线，配成一定浓度的褐藻寡糖样品溶液。注：当褐藻寡糖样品溶液中有水不溶物时，需离心10000 r/min 处理15 min，取上清液。

6.3.2 取0.4mL褐藻寡糖样品溶液，加入到10mL 带塞试管中，置于冰水浴中预冷3 min~5min，随后缓慢加入2.4 mL 四硼酸钠-硫酸溶液（5.8），加盖后置于漩涡混合振荡器上振荡30s。随后将试管置于沸水浴中反应20 min，反应结束后将试管冷却至室温。

6.3.3 在每个试管中分别加入80 μ L 间羟联苯试剂（5.10），置于漩涡混合振荡器上振荡30s，室温放置10 min。利用分光光度计测量待测样品的A_{525 nm}。

6.3.4 如果测得的 A525nm不在标准曲线范围内，需提高或稀释待测样品的浓度，使其测得的 A525nm在标准曲线范围内。

6.3.5 通过标准曲线，计算得出待测样品中糖醛酸的浓度。

6.3.6 待测样品（固体）中褐藻寡糖的含量按式（1）进行计算：

式中：

$$C_{Aos} = \frac{CV}{w} \times 1.125 \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

C_{Aos} —待测样品中褐藻寡糖的含量，%；

C —褐藻寡糖样品溶液中糖醛酸质量浓度，g/L；

V —样品溶液的体积，L；

W —待测样品的质量，g；

1.125—换算系数，按褐藻寡糖钠盐计。

6.3.7 待测样品（液体）中褐藻寡糖的含量按式（2）进行计算：

式中：

$$CAos = \rho \frac{CV}{w} \times 1.125 \dots \dots \dots (2)$$

C_{Aos} —待测样品中褐藻寡糖的含量，g/L；

C —褐藻寡糖样品溶液中糖醛酸质量浓度，g/L；

ρ —待测液体样品的密度，g/L

V —样品溶液的体积，L；

W —待测样品的质量，g；

6.3.8 精密度

平行测定的结果的相差不大于15%；不同实验测定结果的相对相差不大于30%。