

ICS 65.080
G 21

中国磷复肥工业协会团体标准

T/CPFIA 0004—2022

多肽复合肥料

polypeptide compound fertilizer

2022-12-26 发布

2022-12-26 实施

中国磷复肥工业协会发布

前　　言

本文件按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》的规定起草。
本文件由中国磷复肥工业协会提出。

本文件由中国磷复肥工业协会归口。

本文件起草单位：成都云图控股股份有限公司、青岛蔚蓝生物股份有限公司、江苏华昌化工股份有限公司、湖北茂盛生物有限公司、襄阳维恩生物科技有限公司、河北协同化学有限公司、华强化工集团股份有限公司、河南心连心化学工业集团股份有限公司、迪斯科化工集团股份有限公司、齐鲁工业大学、辽宁中科生物工程股份有限公司、宁波吉丰生物科技发展有限公司、中化化肥有限公司。

本文件主要起草人：杨勇、杨凤英、苑伟伟、吕宾、李晓、郭春雷、周义新、黄杰、郑文杰、卢剑、范占权、焦永康、郭卫红、戴黎、郭景丽、李喜风、陈家辉、张冬慧、赵林、岳秋林、卢宗云、聂宏光、蒋国燕、李飞、刘琨、刘杰。

本文件为首次制定。

多肽复合肥料

1 范围

本文件规定了多肽复合肥料的术语和定义、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植物源多肽、动物源多肽、微生物代谢多肽、有机合成多肽的复合肥料。

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/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 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 8571	复混肥料 实验室样品制备
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 8577	复混肥料中游离水含量的测定 卡尔·费休法
GB/T 14540	复混肥料中铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定
GB/T 15063-2020	复合肥料
GB 18382	肥料标识 内容和要求
GB/T 19203-2003	复混肥料中钙、镁、硫含量的测定
GB/T 22923	肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法
GB/T 22924	复混肥料（复合肥料）中缩二脲含量的测定
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
GB/T 34764	肥料中铜、铁、锰、锌、硼、钼的测定 等离子体发射光谱法
GB 38400	肥料中有毒有害物质的限量要求
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
NY/T 1975	水溶肥料 游离氨基酸含量的测定
NY/T 1977-2010	水溶肥料 总氮、磷、钾含量的测定

3 术语与定义

下列术语与定义适用于本文件。

3.1

多肽 polypeptide

可溶于15%三氯乙酸溶液、分子量约在5000道尔顿以下的肽链及肽链片段，其来源分为植物源、动物源、微生物源以及有机合成。

植物源多肽 plant derived polypeptide

植物源多肽是大豆、小麦、玉米等植物来源的蛋白质通过水解获取的肽链及肽链片段。

动物源多肽 animal derived polypeptide

动物源多肽是牛乳、猪血、蹄角、毛发、羽毛等动物来源的蛋白质通过水解获取的肽链及肽链片段。

微生物代谢多肽 microbial metabolic polypeptide

微生物代谢多肽是微生物菌利用培养基底物合成代谢制得的肽链及肽链片段。

有机合成多肽 organic synthetic polypeptide

有机合成多肽则是将单聚有机物原材料进行缩聚、水解、中和制得的肽链及肽链片段。

3.2

多肽复合肥料 polypeptide compound fertilizer

含有适量植物源多肽、动物源多肽、微生物代谢多肽、有机合成多肽的复合肥料。

4 技术要求

4.1 外观

粒状、条状或片状产品，无明显可见的机械杂质。

4.2 技术指标

多肽复合肥料产品应符合表1的技术指标：

表 1 多肽复合肥料的技术指标

项目	高浓度	中浓度	低浓度
总养分 ^a (N+P ₂ O ₅ +K ₂ O) 的质量分数, %	≥ 40.0	30.0	25.0
水溶磷占有效磷百分率 ^b , %	≥ 60	50	40
硝态氮 ^c , %		1.5	
水分 ^d (H ₂ O) 的质量分数, %	≤ 2.0	2.5	5.0
粒度 ^e (1.00mm~4.75mm 或 3.35mm~5.60mm), %	≥	90	
多肽含量, %	≥	0.5	
氯离子 ^f , %	未标“含氯”的产品 ≤	3.0	
	标识“含氯(低氯)”的产品 ≤	15.0	
	标识“含氯(中氯)”的产品 ≤	30.0	
单一中量元素 ^g (以单质计), %	有效钙 ≥	1.0	
	有效镁 ≥	1.0	
	总硫 ≥	2.0	
单一微量元素 ^h (以单质计), %	≥	0.02	

4.3 有毒有害物质的限量要求

包装容器或使用说明中标明适用于种肥同播的产品缩二脲含量应≤0.8%，其他有毒有害物质的限量要求执行GB 38400。

5 取样

5.1 合并样品的取样

5.1.1 袋装产品

5.1.1.1 每批产品总袋数不超过 512 时，按表 2 确定取样袋数；每批产品总袋数大于 512 袋时，按式（1）计算结果确定最少取样袋数，如遇小数，则进为整数。

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

式中：

n ——最少取样袋数；

N —每批产品总袋数。

表 2 最少取样袋数的确定

每批产品总袋数	最少取样袋数	每批产品总袋数	最少取样袋数
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		

5.1.1.2 包装规格不大于 50kg 时, 按表 2 或式(1)计算结果, 随机抽取一定袋数, 用取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 100g 样品, 每批采取总样品量不少于 2kg。包装规格大于 50kg 时, 按表 2 或式(1)计算结果, 随机抽取一定袋数, 用取样器分别从包装袋上开口中心位置垂直向下、向左、向右三个方向插至袋的 3/4 处取样, 每袋取出不少于 300g 样品, 每批产品采取的合并样品量不少于 2kg。

5.1.2 散装产品

按GB/T 6679规定执行。

5.2 样品缩分

将采取的合并样品迅速混匀, 用缩分器或四分法将样品缩分至约1kg, 再缩分成两份, 分装于两个洁净、干燥的具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中(生产企业质检部门可用洁净干燥的塑料自封袋盛装样品), 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、取样日期和取样人姓名, 一瓶做产品检验, 另一瓶保存两个月, 以备查用。

6 试验方法

6.1 一般规定

除外观和粒度外, 均做两份试料的平行测定。本文件所用试剂、溶液和水, 在未注明规格和配制方法时, 均应符合HG/T 2843的规定。

6.2 外观

目视法测定

6.3 总氮含量的测定

6.3.1 方法一 蒸馏后滴定法(仲裁法)

按GB/T 8572的规定执行。

6.3.2 方法二 自动分析仪法

按GB/T 8571的规定试样制备后（若样品很难粉碎，可研磨至全部通过1.00mm孔径试验筛），按GB/T 22923的规定执行。

6.3.3 方法三 杜马斯燃烧法

按NY/T 1977—2010的3.2规定执行。

6.4 有效磷含量的测定和水溶性磷占有效磷百分率的计算

6.4.1 方法一 磷钼酸喹啉重量法（仲裁法）

按GB/T 15063—2020的附录A规定执行。

6.4.2 方法二 磷钼酸喹啉重量法或等离子体发射光谱法

按GB/T 8573的规定执行

6.4.3 方法三 自动分析仪法

按GB/T 8571的规定试样制备后（若样品很难粉碎，可研磨至全部通过1.00mm孔径试验筛），按GB/T 22923的规定执行。

6.5 钾含量的测定

6.5.1 方法一 四苯硼酸钾重量法（仲裁法）

按GB/T 8574的规定执行。

6.5.2 方法二 自动分析仪法

按GB/T 8571的规定试样制备后（若样品很难粉碎，可研磨至全部通过1.00mm孔径试验筛），按GB/T 22923的规定执行。

6.5.3 方法三 等离子体发射光谱法

按NY/T 2540—2014中的4.3.2制备试样溶液，然后按NY/T 2540—2014的5.3的规定执行。

6.6 总养分的计算

总养分为总氮、有效磷和钾含量之和。

6.7 硝态氮含量的测定

6.7.1 方法一 氮试剂重量法（仲裁法）

按GB/T 8571的规定试样制备后（若样品很难粉碎，可研磨至全部通过1.00mm孔径试验筛），按GB/T 3597的规定执行。

6.7.2 方法二 自动分析仪

按GB/T 8571的规定试样制备后（若样品很难粉碎，可研磨至全部通过1.00mm孔径试验筛），按GB/T 22923的规定执行。

6.8 多肽含量的测定

按附录A的规定执行。

6.9 水分的测定

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

6.10 粒度的测定

按GB/T 24891的规定执行。

6.11 氯离子含量的测定

6.11.1 方法一 容量法（仲裁法）

按GB/T 24890的规定执行。

6.11.2 方法二 自动电位滴定法

按GB/T 15063—2020附录B的规定执行。

6.12 中量元素含量的测定

6.12.1 有效钙、有效镁含量的测定

6.12.1.1 方法一 容量法（仲裁法）

按GB/T 15063—2020附录C的C5.1制备试样溶液，然后按GB/T 19203—2003的3.4的规定执行。

6.12.1.2 方法二 等离子体发射光谱法

按GB/T 15063—2020附录C进行。

6.12.2 总硫含量的测定

按GB/T 19203的规定执行。

6.13 微量元素含量的测定

6.13.1 方法一 等离子体发射光谱法（仲裁法）

按GB/T 8571的规定试样制备后（若样品很难粉碎，可研磨至全部通过1.00mm孔径试验筛），按GB/T 34764的规定执行。

6.13.2 方法二 原子吸收分光光度法

按GB/T 14540的规定执行。

6.14 缩二脲的测定

按GB/T 22924的规定执行。以液相色谱法为仲裁法。

7 检验规则

7.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验。总养分含量、单一养分含量、多肽含量、水溶磷占有效磷的百分率（适用时）、硝态氮含量（适用时）、水分、粒度、氯离子含量（适用时）、中量元素含量（适用时）、微量元素含量（适用时）为出厂检验项目。型式检验包括第4章全部项目，在有下列情况之一时进行型式检验：

- a) 正式生产后，如原材料、工艺有较大改变，可能影响产品质量指标时；
- b) 正常生产时，定期或积累到一定量后进行，缩二脲每六个月至少检验一次，4.3中的其他有毒有害物质含量每两年至少检验一次；
- c) 长期停产恢复生产时；
- d) 政府监督管理部门提出型式检验要求时。

7.2 组批

产品按批检测，以一天或两天的产量为一批，最大批量为1500t。

7.3 结果判定

7.3.1 本文件中产品质量指标合格判定，采用 GB/T 8170 中的“修约值比较法”。

7.3.2 生产企业应按本文件要求进行出厂检验和型式检验。检验项目全部符合本文件要求时，判该批产品合格。

7.3.3 生产企业进行的出厂检验或型式检验结果中如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自同批次两倍量的包装容器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文件要求，判该批产品不合格。

8 标识和质量证明书

8.1 氯离子的质量分数大于 3.0% 的产品，应根据 4.2 要求的“氯离子的质量分数”，在包装容器的显著位置用汉字明确标注“含氯（低氯）”“含氯（中氯）”或“含氯（高氯）”，而不是标注“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，也不应有“硫酸钾（型）”“硝酸钾（型）”“硫基”“硝硫基”等容易导致用户误认为产品不含氯的标识。有“含氯（高氯）”标识的产品应在包装容器上标明“氯含量较高，使用不当会对作物和土壤造成伤害”的警示语。

8.2 含有酰胺态氮（尿素态氮）的产品应在包装容器的显著位置标明以下警示语：“含缩二脲，使用不当会对作物造成伤害”。未标该警示语的产品，检验检测机构可按产品不含酰胺态氮（尿素态氮）来选择总氮含量的测定方法进行检测和判定。

8.3 产品外包装容器上应标明多肽含量，不应将多肽含量计入总养分。

8.4 产品外包装容器上应有使用注意事项、警示语等。生产日期或批号、合格证、使用说明等部分产品信息可使用易于识别的二维码或条形码标注。

8.5 养分含量的标注应以总物料为基础标注，不得将包装容器内的物料拆分分别标注。

8.6 每袋净含量应标明单一数值，如 50kg。

8.7 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、批号或生产日期、总养分、配合式或主要养分含量、氯离子含量、缩二脲含量、本文件号和法律法规规定

应标注的内容。以钙镁磷肥等枸溶性磷肥为基础肥料的产品应注明为“枸溶性磷”，并应注明是否为“硝态氮”“尿素态氮”“有机态氮”。非出厂检验项目标注最近一次型式检验时的检测结果。

8.8 其余按 GB 18382 的规定执行。

9 包装、运输和贮存

9.1 产品用符合 GB/T 8569 规定的材料进行包装，包装规格为 1000kg、50kg、40kg、25kg、20kg、10kg，每袋净含量允许范围分别为(1000±10)kg、(50±0.5)kg、(40±0.4)kg、(25±0.25)kg、(20±0.2)kg、(10±0.1)kg，每批产品平均每袋净含量不得低于 50.0kg、40.0kg、25.0kg、20.0kg、10.0kg。也可使用供需双方合同约定的其他包装规格。

9.2 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，不应以小包装形式放入包装袋中。

9.3 在符合 GB/T 8569 规定的前提下，宜使用经济实用型包装。

9.4 产品应贮存于阴凉干燥处，在运输过程中应防雨、防潮、防晒、防破裂。

附录 A
(规范性)
复合肥料中多肽含量的测定

A. 1 原理

试样用IEC氨基酸分析法测定游离氨基酸总含量。

试样用三氯乙酸预处理，去除沉淀大分子蛋白质，提取多肽氨基酸和游离氨基酸，然后用盐酸溶液全部水解得到酸溶蛋白，用IEC氨基酸分析法测定酸溶蛋白含量。

多肽即为酸溶蛋白含量与游离氨基酸总含量的差值。

A. 2 试剂

实验用水应符合GB/T 6682中一级用水的规格。使用试剂除特殊规定外，均为分析纯。

A. 2. 1 柠檬酸钠 ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

A. 2. 2 盐酸（优级纯）。

A. 2. 3 乙二胺四乙酸二钠溶液：10g/L。

A. 2. 4 盐酸水解溶液（6mol/L）：将500mL盐酸（A. 2. 2）与500mL水混合，加1g苯酚，混匀。

A. 2. 5 三氯乙酸溶液（150g/L）：称取150g三氯乙酸，加水溶解并定容至1000mL，混匀。

A. 2. 6 柠檬酸钠缓冲液 [$\text{pH}=2.2$, $c(\text{Na}^+) = 0.2\text{mol/L}$]：称取19.6g柠檬酸钠（A. 2. 1），用水溶解并转移至1000mL容量瓶中，加入16.5mL盐酸（A. 2. 2），硫二甘醇5.0mL，苯酚1g，用水定容并过滤。

A. 2. 7 氨基酸标准储备溶液：含天冬氨酸、苏氨酸、丝氨酸、谷氨酸、脯氨酸、甘氨酸、丙氨酸、胱氨酸、缬氨酸、甲硫氨酸、异亮氨酸、亮氨酸、酪氨酸、苯丙氨酸、赖氨酸、组氨酸和精氨酸共17种氨基酸，各组分浓度均为 $2.5 \mu\text{mol/mL}$ ，应使用有证标准溶液。

A. 2. 8 氨基酸标准工作溶液：准确移取2mL的氨基酸标准储备溶液（A. 2. 6）置于50mL容量瓶中，以柠檬酸钠缓冲溶液（A. 2. 5）定容，各氨基酸组分浓度为 100nmoL/mL ，用安瓿分装密封，每支约1mL，在 $2^\circ\text{C} \sim 8^\circ\text{C}$ 下保存，有效期3个月。

A. 2. 9 不同pH值和离子强度的柠檬酸钠缓冲溶液与茚三酮溶液：按照仪器说明书配制或购买。

A. 2. 10 液氮。

A. 3 仪器与设备

A. 3. 1 天平：感量 0.1mg 和 0.01mg 。

A. 3. 2 氨基酸自动分析仪：具备阳离子交换柱、茚三酮柱后衍生装置及 570nm 和 440nm 光度检测器。

A. 3. 3 离心机：转速不低于 4000r/min 。

A. 3. 4 真空泵。

A. 3. 5 喷灯。

A. 3. 6 恒温干燥箱：温度可达110℃±2℃。

A. 3. 7 旋转蒸发器或浓缩器：可在室温至65℃间调温，控温精度±1℃，真空度可低至 3.3×10^3 Pa(25m mHg)。

A. 4 操作步骤

A. 4. 1 试样的制备

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0.25mm孔径筛，混合均匀，置于洁净、干燥容器中。

A. 4. 2 试样溶液的制备

称取上述试样5g，精确至1mg，置于250mL具塞三角瓶中。在10℃~35℃条件下，准确加入100mL三氯乙酸溶液（A. 2. 5）（如样品形成小球或者团块，先均质后再振荡提取）。对于固态试样，摇匀后，于150r/min振荡30min。将上层溶液倒入100mL离心管中，4000r/min离心5min，上清液为试样提取液。如上层溶液有漂浮物，需过滤。

称上述取试样提取液0.5mL~5mL（精确至0.1mg），置于20mL安瓿或水解管中，加适量水至溶液总体积为5mL，再加入10mL盐酸水解溶液（A. 2. 4），置液氮（A. 2. 10）中冷冻，使用真空泵抽真空至7Pa（≤ 5×10^{-2} mmHg）后用喷灯封口或充氮气1min后旋紧管盖。将安瓿或水解管放在110℃±2℃恒温干燥箱中，水解22h~24h。冷却，混匀，开管，过滤，用移液管精确吸取适量的滤液，置于旋转蒸发器或浓缩器中，60℃下抽真空蒸发至干，必要时，加少许水，重复蒸干1次~2次。加入3mL~5mL柠檬酸钠缓冲溶液（A. 2. 6）复溶，使试样溶液中氨基酸浓度达到50nmol/mL~250nmol/mL，摇匀，过滤或离心，上清液待上机测定。

注：当试样中含有金属元素时，则在“冷却，混匀，开管”后吸取水解液2mL，准确加入10g/L的乙二胺四乙酸二钠溶液（A. 2. 3）2mL，混匀，然后按“过滤，用移液管精确吸取适量的滤液……上清液待上机测定”进行操作。

A. 4. 3 测定

将氨基酸标准工作溶液（A. 2. 8）注入氨基酸分析仪，以不同pH值和离子强度的柠檬酸钠缓冲溶液与茚三酮溶液（A. 2. 9）作为流动相和衍生剂，适当调整仪器操作程序及参数和洗脱用缓冲溶液试剂配比，应符合JJG 1064氨基酸分析仪检定规程的要求，并保证苏氨酸-丝氨酸，甘氨酸-丙氨酸以及亮氨酸-异亮氨酸分离度分别不得小于85%、90%、80%。注入制备好的试样溶液和相应的氨基酸标准工作溶液进行测定，每5个样品（即10个单样）为一组，组间插入氨基酸标准工作溶液（A. 2. 8）进行校准。以保留时间定性，单点外标法定量。试样中氨基酸的峰面积应在标准工作溶液相应峰面积的30%~200%，否则应用柠檬酸钠缓冲溶液（A. 2. 6）稀释后重测。

A. 4. 4 游离氨基酸含量的测定

按NY/T 1975的规定测定游离氨基酸的含量，检测结果保留两位小数。

A. 4. 5 分析结果的表述

A. 4. 5. 1 酸溶蛋白含量以质量分数 ω_1 计，数值以百分率（%）表示，按式（A. 1）计算

$$\omega_1 = \sum_{i=1}^k \frac{n \times A_i \times V_{hv} \times c_i \times M_i \times V_{st0}}{A_{sti} \times m \times V_0 \times 10^6} \times 100 = \sum_{i=1}^k \frac{n \times A_i \times V_{hv} \times c_i \times M_i \times V_{st0}}{A_{sti} \times m \times V_0} \times 10^{-4} \quad \dots \quad (A.1)$$

式中：

k ——氨基酸的种类数；

n—试样水解溶液稀释倍数;

A_i ——试样溶液中第*i*种氨基酸的峰面积;

V_{hv} ——试样水解溶液体积，单位为毫升（mL）；

c_i ——标准工作溶液中第*i*种氨基酸的浓度，单位为纳摩尔每毫升（nmol/mL）；

M_i ——第*i*种氨基酸的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

V_{st0} ——氨基酸标准溶液进样体积，单位为微升（ μL ）；

A_{sti} ——氨基酸标准溶液中第*i*种氨基酸的峰面积；

m—试样的质量，单位为毫克（mg）；

V_0 ——试样溶液进样体积, 单位为微升 (μL) ;

以两个平行试样测定结果的算术平均值报告结果，保留两位小数。

A. 4.5.2 多肽含量以质量分数 χ 计, 数值以百分率 (%) 表示, 按式 (A.2) 计算

$$X = \omega_1 - \omega_2 \dots \quad (\text{A.2})$$

式中：

x ——试样中多肽的含量，单位为百分率（%）；

ω_1 ——试样中酸溶蛋白含量，单位为百分率（%）；

ω_2 ——试样中游离氨基酸的含量，单位为百分率（%）。

A. 4. 6 允许差

A. 4. 6. 1 平行测定结果的允许差

酸溶蛋白含量平行测定结果的相对相差不大于10%；游离氨基酸含量平行测定结果的相对相差不大于10%。

A. 4. 6. 2 不同实验室测定结果的允许差

多肽含量不同实验室测定结果的相对相差不大于 20%。