ICS 65.080
G 21
备案号:38616—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4365—2012

水溶性肥料

Water soluble fertilizer

2012-12-28 发布　　2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部　发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则　第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准的附录 A、B、D、E 为资料性附录，附录 C 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会新型肥料分技术委员会（SAC/TC105/SC5）归口。

本标准起草单位：成都市新都化工股份有限公司、国家化肥质量监督检验中心（上海）。

本标准主要起草人：刘晓霞、杨一、刘刚、陶兴亮。

本标准为首次发布。

水溶性肥料

1 范围

本标准规定了水溶性肥料的定义、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于以水溶性的氮、磷、钾基础肥料为主要原料加工而成，用于滴灌施肥或喷灌施肥的二元或三元肥料。已有国家标准或行业标准的水溶性肥料执行相应的产品标准。

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 3595 肥料中氨态氮含量的测定 蒸馏后滴定法

GB/T 3597 肥料中硝态氮含量的测定 氮试剂重量法

GB/T 3600 肥料中氨态氮含量的测定 甲醛法

GB/T 6274 肥料和土壤调理剂 术语

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 8170—2008 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

GB/T 8576 复混肥料中游离水含量测定 真空烘箱法

GB/T 8577 复混肥料中游离水含量测定 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 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 22923—2008 肥料中氮、磷、钾自动分析仪测定法

GB/T 22924 复混肥料(复合肥料)中缩二脲含量的测定

GB/T 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

NY/T 1108 液体肥料包装技术要求

NY/T 1116 肥料中硝态氮含量的测定 紫外分光光度法

NY/T 1973 水溶肥料 水不溶物含量和 pH 值的测定

EN 13366—2001 Fertilizers—Treatment with a cation exchange resin for the determination of the chelated micro-nutrient content of the chelated fraction of micro-nutrients(肥料 阳离子交换树脂法测定螯合微量养分的含量和微量养分的螯合分数)

OECD Guideline for the Testing of Chemicals 208 Terrestrial Plant Test:Seeding Emergence and Seeding Growth Test(OECD 化学品测试准则 208 陆生植物生长试验——出苗和苗生长试验)

OECD Guideline for the Testing of Chemicals 227 Terrestrial Plant Test: Vegetative Vigour Test (OECD 化学品测试准则 227 陆生植物生长试验——植物活力试验)

3 术语和定义

GB/T 6274、GB 15063 界定的和下列术语适用于本文件。

3.1

水溶性肥料 water soluble fertilizer

以氮、磷、钾为主的，完全溶解于水，用于滴灌施肥和喷灌施肥的二元或三元肥料，可添加中量元素、微量元素等。

3.2

大量元素(主要养分)primary nutrient; macronutrient

对元素氮、磷、钾的通称。

[GB 15063 中 3.5]

3.3

中量元素(次要养分)secondary element; nutrient

对元素钙、镁、硫等的通称。

[GB 15063 中 3.6]

3.4

微量元素(微量养分)trace element; micronutrient

植物生长所必需的，但相对来说是少量的元素，例如，硼、锰、铁、锌、铜、钼或钴等。

[GB 15063 中 3.7]

3.5

尿素态氮(酰胺态氮)ureic nitrogen

以酰胺基形态存在的氮素，是一种有机态的氮素。

3.6

铵态氮 ammoniacal nitrogen

以铵根(NH_4^+)形态存在的氮素。

3.7

硝酸态氮 nitric nitrogen

以硝酸根(NO_3^-)形态存在的氮素，是一种无机态的氮素。

3.8

微量元素的螯合分数 chelated fraction of micro-nutrients

肥料中螯合态的微量元素占微量元素总量的百分率。

4 要求

4.1 外观：粒状固体、粉状固体或液体产品，无肉眼可见机械杂质。

4.2 技术要求

产品应符合表 1 要求，并应符合产品包装容器和质量证明书上的标明值。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

表 1　水溶性肥料的要求

项　目			指　标	
			固体(粉状和粒状)	液体
总养分(总 N+水溶性 $P_2O_5+K_2O$)的质量分数[a]/%		≥	50	30
中、微量元素的质量分数[b](以单质计)/%	标明的单一微量元素	≥	0.05	
	标明的微量元素总量		0.1～3.0	
	标明的单一中量元素	≥	2.0	
水不溶物的质量分数/%		≤	0.5	
pH 值			3.0～9.0	
水分(H_2O)的质量分数[c]/%		≤	2.0	不做要求
粒度(1.00mm～4.75mm 或 3.35mm～5.60mm)[d]/%		≥	90	不做要求
砷的质量分数/%		≤	0.001 0	
镉的质量分数/%		≤	0.001 0	
铅的质量分数/%		≤	0.005 0	
铬的质量分数/%		≤	0.005 0	
汞的质量分数/%		≤	0.000 5	
缩二脲的质量分数[e]/%		≤	0.5	
氯离子的质量分数/%	未标“含氯”的产品	≤	2.0	
	标识“含氯”的产品	≤	15.0	

[a] 产品应含氮、磷、钾中的至少两种养分,标明的单一养分应不小于 4.0 %,测定值与标明值负偏差的绝对值不应大于 1.5 %。不同形态氮的实测值与标明值负偏差的绝对值不应大于 1.0 %。

[b] 包装容器标明中量元素、微量元素时检测本项目。钼的含量应不高于 0.5 %。

[c] 水分以出厂检验数据为准。

[d] 粉状产品粒度不做要求。

[e] 包装容器标明含有尿素态氮时检测本项目;未标明尿素态氮时本项目不做要求。

4.3　安全性要求

含有尚无国家标准或行业标准的基础肥料或添加物原料的产品应进行陆生植物生长试验(试验方法参见附录 A 和附录 B)。

5　试验方法

5.1　外观

目视法测定。

5.2　氮含量

5.2.1　总氮含量

按 GB/T 8572 或 GB/T 22923 进行。含氮量大于 40%的产品,仅可按 GB/T 8572 中的方法进行测定。以 GB/T 8572 中的方法为仲裁法。

5.2.2　铵态氮含量

按 GB/T 3595 或 GB/T3600 进行。以 GB/T 3600 中的方法为仲裁法。

5.2.3　硝酸态氮含量

按 NY/T 1116 或 GB/T 3597 或 GB/T 22923 中 3.2.2 进行。以 GB/T 22923 中的方法为仲

裁法。

5.2.4 尿素态氮含量

方法 1：用差值法，即尿素态氮含量＝总氮含量－铵态氮含量－硝酸态氮含量。

方法 2：按 GB/T 22923—2008 中 3.2.1 测定的氮含量－铵态氮含量。

以方法 2 为仲裁法。

5.3 磷含量

按 GB/T 8573 或 GB/T 22923 中水溶性磷的测定进行。以 GB/T 8573 中的方法为仲裁法。

5.4 钾含量

按 GB/T 8574 或 GB/T 22923 进行。以 GB/T 8574 中的方法为仲裁法。

5.5 中、微量元素

5.5.1 试样溶液的制备

固体：称取约 5 g 试料（精确至 0.000 1 g）置于 250 mL 容量瓶中，加水约 150 mL，置于 25 ℃±5 ℃的振荡器中，振荡 30 min。取出后用水定容至刻度，混匀后干过滤，弃去最初几毫升滤液，待测。

液体：称取约 5 g 试料（精确至 0.000 1 g）置于 250 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀后干过滤，弃去最初几毫升滤液，待测。

5.5.2 测定

按 GB/T 19203 和 GB/T 14540 的规定进行。

5.6 微量元素的螯合分数

按 EN 13366（译文参见附录 D）进行。

5.7 水不溶物

按 NY/T 1973 进行。实验室环境温度为 20 ℃±10 ℃。试料加水搅拌 3 min 后，在室温下静置的时间为 15 min±3 min。

5.8 pH 值

按 NY/T 1973 进行。

5.9 水分

按 GB/T 8577 或 GB/T 8576 进行测定。以 GB/T 8577 中的方法为仲裁法。

5.10 粒状产品的粒度

按 GB/T 24891 进行。

5.11 砷、镉、铅、铬、汞

按 GB/T 23349 进行，试样溶液的制备按 5.5.1 进行。

5.12 缩二脲

按 GB/T 22924 进行。以液相色谱法为仲裁法。

5.13 氯离子

按 GB/T 24890 进行。

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验，表 1 中总养分含量、水溶磷占有效磷百分比、水不溶物、氯、水分、粒状产品的粒度、pH 值为出厂检验项目，型式检验包括第 4 章中的所有项目。型式检验项目在下列情况之一时，应进行测定：

——投产时、停产后重新开始生产时；

——连续生产时，原料、工艺发生变化；

——连续生产时，应每 6 个月进行一次检验；

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

——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，以一天或两天的产量为一批，最大批量为 100 t。

6.3 采样方案

6.3.1 袋装或箱装固体产品最少采样单元数的确定

不超过 512 袋或 512 箱时，按表 2 确定最少采样袋数或箱数；大于 512 袋或 512 箱时，按式(1)计算结果确定采样袋数或箱数，如遇小数，则进为整数。箱装产品每箱采样 2 袋。

6.3.2 散装固体产品

按 GB/T 6679 的规定进行。

6.3.3 液体产品

按 GB/T 6680 的规定进行。

表 2 最少采样单元数的确定

总袋数或箱数	最少采样袋数或箱数	总袋数或箱数	最少采样袋数或箱数
1～10	全部袋数或箱数	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		

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

式中：

n——最少采样袋数或箱数；

N——每批产品总袋数或总箱数。

6.4 样品的采取缩分

固体袋装产品：取样时用不锈钢取样器从袋口一边斜插至对边袋深 3/4 处采取均匀样品，所取试料总量不得少于 2 kg。固体箱装产品：从箱中随机抽取两袋。然后用缩分器或四分法，将试料缩分至约 1 kg，再缩分一次，分装于两个清洁、干燥并带有磨口塞的广口瓶中，粘贴标签，注明生产厂名称、产品名称、配合式、批号或生产日期、批量、采样日期、采样人姓名。一瓶作产品分析；另一瓶密封保存二个月，备查。

液体产品：按 GB/T 6680 的规定进行，盛装样品的容器应清洁、干燥、不与样品发生反应。

6.5 试样制备

固体样品：由 6.4 中取一瓶 500 g 缩分的固体样品，经多次缩分后取出约 100g 样品，迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径筛(如样品潮湿，可以通过 1.00 mm 孔径筛)，混合均匀，置于洁净、干燥瓶中，作成分分析。余下实验室样品供粒度测定。

液体样品：经多次摇动后，迅速取出约 100 mL，置于洁净、干燥、不与样品发生反应的容器中待用。

6.6 结果判定

6.6.1 本标准中产品质量指标合格判断，采用 GB/T 8170—2008 中“修约值比较法”。

6.6.2 型式检验项目全部符合要求时，判该批产品合格。

6.6.3 生产企业出厂检验时：出厂检验项目全部符合要求时，判该批产品合格；如果有一项指标不符合本标准的要求，应重新自二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标准要求时，则整批产品为不合格。

6.6.4 生产企业应保证所有出厂的产品均符合本标准的要求。每批出厂的产品附有质量证明书，其内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、批号或生产日期、批量、净含量、总养分、单一养分含量、尿素态氮含量、硝态氮含量、铵态氮含量、缩二脲含量、氯离子含量、水分含量、其他指标含量及本标准编号。不属于出厂检验的项目标明值应为最近一次型式检验时的检测值。

7 标识

7.1 应在包装容器正面以质量分数标明总养分含量、单一养分含量，总养分含量标明值应为配合式中单养分含量之和。应分别标明各种形态的氮含量，总氮含量标明值应等于各种形态氮含量标明值之和。

7.2 应在包装容器正面标明水不溶物含量、pH 值。pH 值以单一数值标注，保留到整数。

7.3 氯离子的质量分数大于 2.0 %的产品，应在包装容器正面用汉字明确标注“含氯”及氯含量，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“硫基”等容易导致用户误认为产品不含氯的标识。有“含氯”标识的产品应在包装容器正面标明“使用不当会对作物造成伤害”的警示语。

7.4 若添加了中量元素、微量元素，应按中量元素、微量元素（以元素单质计）两种类型分别标明各单养分含量。标明微量养分为螯合态时，应标明螯合剂名称和螯合分数。

7.5 产品中若添加了本标准中未规定检测方法的添加物，可在包装容器上标明相应含量，此时还应标明含有添加物检测方法的在备案有效期内的企业标准，企业标准中的方法应是国内、国外文献中的该添加物的权威检测方法。

7.6 若声明除提供养分外的其他作用，应有充分可信的数据证明。

7.7 应在包装容器上标明产品使用说明（示例参见附录 E），包括但不限于以下内容：适用区域、土壤、作物、生长阶段（也可标明不适用的区域、土壤、作物、生长阶段）；用法用量；与其他物料的相容性（肥料相容性表见附录 C）、不相容的物质、对灌溉水质的特殊要求等；警示说明（使用上的、基于产品本身危险特性的）。

7.8 每袋净含量应标明单一数值，如 10 kg。

7.9 其余应符合 GB 18382。

8 包装、运输和贮存

8.1 50 kg、40 kg、25 kg、10 kg、5 kg 规格固体产品的包装材料应按 GB 8569 中对复混肥料产品的规定进行。1 000 g、500 g、250 g、50 g 规格固体产品可用塑料袋外加纸盒或纸箱包装，允许的短缺量为净含量标明值的 1 %，平均每袋（盒、箱）的净含量分别不低于 50 kg、40 kg、25 kg、10 kg、5 kg、1 000 g、500 g、250 g、50 g。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 粉状或超微细粉末状产品，应采用铝塑复合袋热合封口，袋体热合宽度大于 15 mm。

8.3 液体产品包装的技术要求应符合 NY/T 1108 的规定。

8.4 在标明的每袋净含量范围内的产品中有添加物时，必须与原物料混合均匀，不得以小包装形式放入包装袋中。

8.5 产品应贮存于阴凉干燥处，液体产品贮存温度不宜过低。在运输过程中应防潮、防晒、防破裂。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 A
（资料性附录）
OECD 208 译文

A.1 范围

本方法用于评价在一次性施用后，土壤中固态和液态的化学物质对植物幼苗和早期生长的潜在毒性效应。本方法不能给出由受试物蒸发所造成的可能伤害结果，也未测定由于直接接触植物所产生的伤害。

A.2 术语和定义

A.2.1

出苗

幼苗露出土壤表面。

A.2.2

生长

用植物的重量来表达。

A.2.3

半数致死浓度（LC_{50}）

使受试物半数死亡的毒物剂量。

A.2.4

半数效应浓度（EC_{50}）

引起受试对象50 %个体产生一种特定效应的药物剂量。

A.3 原理

在播种的土壤中假如不同浓度的受试物。记录出苗数目，在对照组的出苗达到50 %后至少两周的时候，采集试验植物并称重。

A.4 试剂、材料和设施

A.4.1 温室。

A.4.2 生长容器：塑料器皿或瓷盆钵。

A.5 试验环境要求

温度、湿度条件应适合在测试期间植物的正常生长。

A.6 试样、溶液的制备

A.6.1 准备

土壤无须消毒。过0.5 cm的筛子，去除粗大杂物，碳含量不超过1.5 %（3 %的有机物）。细颗粒（小于20 μm）应占10 %～20 %，pH值在5.0～7.5之间。可用任何处理方法使受试物在土壤中分散均匀，但不能使用表面活性剂。

A.6.2 供试植物

试验中至少应采用3种植物。可以在谷类作物、蔬菜、经济作物三类植物中各选一种，也可选用其他对区域生态学或农业有重要价值的植物。

A.7 分析步骤

试验设对照组和3个浓度处理组，随机摆放。每组要求设4个重复，各5粒种子。在种子与受试物混合的24 h内开始试验。在一次试验中，每种植物的种子应是同样大小，不能使用已吸潮膨胀了的种子。

受试物可按以下顺序与土壤混合：1)使化学物质溶于挥发性溶剂；2)掺入沙子；3)放置，使溶剂挥发；4)在沙子中掺入土壤；5)在每一次试验中，对包括对照组在内的各试验组保持同一恒定的沙土比。

受试物与烘干的土壤施用比例(受试物/烘干土)是0.0(对照) mg/kg、1.0 mg/kg、10.0 mg/kg和100.0 mg/kg。然后播种。

应采用足够大的钵盆或容器，使植物能够自由生长。试验中植物需正常浇水。

在对照组出苗达50 %的14 d后结束试验。

A.8 分析结果的表述

应记录每一重复的出苗数目、每一植株的平均重量(收割后立即测鲜重，或在约70 ℃烘干测干重)。受试物对出苗的影响用LC_{50}表达，对生长的影响用EC_{50}表示。

标准分享网 www.bzfxw.com 免费下载

附 录 B
（资料性附录）
OECD 227 译文

B.1 范围

本方法用来评价陆生植物地上部分的活力影响，但不包括长期影响以及生殖影响（如种子处理、开花和结果）。受试物的暴露条件和性质需要考虑以确保合适的试验方法能够进行。本方法可用来检验普通化学品、杀虫剂和作物保护产品（或者称为植物保护产品或农药）。

B.2 术语和定义

B.2.1

作物保护产品或植物保护产品或农药

能够预防、消灭或者控制危害作物的病、虫、草和其他有害生物的特殊生物活性物质。

B.2.2

x%有效浓度（ECx）或 x%有效施用比率（ERx）

与对照相比，在试验结束时能导致作物产生 x%的某种效应的药物浓度或比率（如 25 %或 50 %植株鲜重的减少、出苗数目，或者增加的可见伤害可被计算为 EC25/ER25 或 EC50/ER50）。

B.2.3

出苗

植株的胚芽或子叶露出土壤表面。

B.2.4

制剂

将原药的活性成分制成适合的各种剂型。

B.2.5

最低观察浓度效应（LOEC）

可观察到效应的被试物的最低浓度。在试验中，与对照相比，用显著性检验（$p<0.05$）分析，并且此浓度高于 NOEC。

B.2.6

非标植物

处于目标植物区域外的植物，这些植物应在施用目标作物保护产品区域之外。

B.2.7

未观察到的浓度效应（NOEC）

未被观察到效应的被试物的最高浓度。在试验中，与对照相比，无显著性（$p<0.05$）差异。

B.2.8

危害植物的毒性

施被试物后，植物生长过程中出现的背离正常情况的有害反应。

B.2.9

重复

与对照组和/或处理组相对应的试验单位。在本试验中，一盆定义为一个重复。

B.2.10

观察评价

与对照相比，对有效植株出现的畸形、阻碍生长、萎黄病、病斑、死亡率和植物生长效应进行评价。

B.3 原理

本方法用于评价粘附在植物叶片和地上部分的受试物的潜在影响。当植物通常长成 2～4 片真叶时开始试验。然后受试物以一定的频率喷到植物叶片上。整个试验时间在 21 d～28 d 不等，喷施受试物的植物与未喷施受试物的植物做对照，然后评价受试物对植物的影响。21 d 的试验周期是充足的。试验结束后对植株干重(或者鲜重)、株高进行测量，并且评价受试物对植物不同部位的有害影响。

本方法是为了确定剂量反应曲线，或者为了特定试验目的而进行某一特定浓度的限制试验。特定浓度试验要超过一定的毒性水平；浓度范围试验是通过不同浓度试验形成剂量反应曲线以确定毒性水平上限和下限。用合适的统计软件获得一个有效浓度 ECx 或一个有效施用比率 ERx。另外，未观察到的浓度效应(NOEC)和最低观察浓度效应(LOEC)可计算出来。

B.4 试剂、材料和设施

B.4.1 温室。

B.4.2 生长容器：塑料器皿或瓷盆钵。

B.5 试验环境要求

温度与湿度条件应适合在测试期间植物的正常生长。

B.6 试样、溶液的制备

B.6.1 参照物质的准备

参照物质可在有规律的时间间隔进行试验，来验证试验实施、特定试验植物的反应以及试验装置在整个时期没有发生变化。或者，以前对照试验的生物量和生长测量装置可用来评价特定实验室中试验系统的性能，并充当内部实验室质量保证角色。

B.6.2 天然土壤或人造基质的准备

土壤过 2 mm 筛并去除粗大杂物。土壤类型、有机碳百分数、pH 值和土壤电导率要记录。土壤应按标准分类法进行分类。土壤要用巴氏法或者烘干灭菌。

天然土壤可能使结果解释复杂化并且由于复杂的物理化学性质和微生物种类而增大变异性。因此，人造基质可能是一种可以考虑的替代品。

人造基质通常不用于植物保护产品的测试，但可用于普通化学品的测试，或者降低土壤的变异性和增加试验结果的可行性。人造基质可用经酸清洗过的石英砂、矿石渣和玻璃珠(如直径在 0.35 mm～0.85 mm 之间)，但不能用蛭石、珍珠岩及其他强吸附性物质。

B.6.3 试验植物的准备

植物种类的选择应考虑范围广、毒性的差异性、生长分布性、丰富性等。以下试验植物的特征应当考虑：

——同一种类植物需选择相同的种子，并且种子来源具有可靠性；

——能够在实验室内进行，并具有重复性；

——植物试验的灵敏性需与目前发现的环境中应用被试物的结果相一致；

——之前应进行过毒性试验；

——与试验生长条件相适应；

——对试验标准有效。

植物种类的数目根据实际条件决定。

B.6.4 试样的准备

样品应用于适当的载体中(如水、丙酮、乙醇、聚乙二醇和阿拉伯树胶)。按配方制造的产品以及含

有有效成分和多种附剂的产品也可进行试验。

应用于试验装置的试验应能够重复，喷施被试物以叶片上的喷施物不滴落为标准。若使用溶剂或者其他载体，需要设置只喷施溶剂或者载体的对照，但被试物是植物保护产品如按配方制造的产品就不需要了。

试样浓度的确认：试样浓度可根据合适的分析方法确认。对于可溶性物质来说，可分析最高浓度然后稀释来确认所有试验浓度。对于不溶性物质来说，须将一定质量的被试物加到土壤中。

B.7 分析步骤

B.7.1 试验设计

同种植物从生长出 2 片～4 片真叶开始试验。植物每盆的植株数依据种类、盆的大小、试验周期和充足的试验环境而确定，需保证植物的充足光照。例如：直径 15 cm 的盆可种植一至两棵玉米、大豆、番茄、黄瓜、甜菜，3 棵葡萄或花生，5 棵～10 棵洋葱或小麦等其他小型植物。种子和重复的盆数（一盆定义为一个重复，同一盆中的植株不能算做重复）需满足统计分析的需要。在一定情况下，一盆只种植一棵植物时，三盆才能算一个水平。

当种子发芽后，瘦弱的苗要剔除。

对照试验除不喷被试物外其他条件相同。

包裹杀虫剂和杀菌剂的种子要避免使用。

B.7.2 试验条件

试验条件应接近自然条件。

试验必须在良好的园艺条件下进行，如人工生长箱、温室等。当使用生长设备时通常要定期记录温度、湿度、二氧化碳浓度、光强和光周期、浇水时间等，从而确保植物生长可用对照评价。推荐以下条件作为温室试验条件：

—— 温度：(22±10) ℃；

—— 湿度：(70±25) %；

—— 光周期：至少 16 h；

—— 光强：(350±50) μmol/(m^2 · s)。

在整个研究周期需监视和记录试验条件。生长容器必须是无孔的塑料盆或泥瓷盆。盆钵需周期性更换以减小植物生长的变异性，同时盆钵也要足够大。

为使植物良好生长需供给植物一定的土壤养分。通过观察对照植物的生长来判断其他养分是否需要补充其他样品以及供给时间。可通过从底部浇水。

特殊试验需要采用特殊的生长条件。

B.7.3 单一浓度/频率试验

为了确定一种物质单一浓度试验的合适浓度/频率，一些因素需要考虑。对于普通化学品来说，需考虑物质的物理化学性质。对于作物保护产品来说，物理化学性质、被试物的施用方式、最大浓度或者施用频率、每季施用量需要考虑。为了确定一种普通化学品是否具有植物性毒素性质，测试叶片暴露的最大水平或许是合适的（如 1 000 mg/L 被试溶液）。

B.7.4 范围确定试验

如有需要可进行浓度确定试验。浓度确定试验范围要广（如 0.1、1.0、10、100、1 000 倍的施用单位）。对于植物保护产品来说，浓度可以参照推荐或者最大浓度的 1/100、1/10、1 倍进行。

B.7.5 多重浓度/频率试验

本试验的目的是建立反应剂量关系和确定生物量的 ECx 或 ERx，并且与对照相比可观察到影响。

对于研究 EC50，需测试 20 %～80 %的效应浓度。加上对照，推荐的浓度数量至少为 5 个，并且影响因素不能超过 3 个。对于每个处理来说，至少重复 3 次并且植株数不能小于 20 棵。若设定的浓度数

增加，重复数可以减少。

B.7.6 试验观察

在整个观察期，应时常观察危害植物的毒性和死亡率(至少每周一次，若有可能每天观察一次)。在试验结束时，测量并记录存活植株的生物量以及可观察到的植株不同部位的有害影响。有害影响包括有效植株出现的畸形、阻碍生长、萎黄病、病斑、死亡率和植物生长效应。最终生物量的确定是取土壤表面以上的植株在 60 ℃烘干称重取平均值，或者将鲜样称重也可。植株的株高也需测量。可观察到的伤害需要评价。

B.8 分析结果的表述

B.8.1 单一浓度/频率试验

用合适的方法对每种植物种类进行数据分析。试验浓度水平需要记录，或者记录为达到已知效应的浓度。

B.8.2 多重浓度/频率试验

用衰退方程建立反应剂量关系。可用不同的模型，如，对于估计死亡率的 ECx 和 ERx 以及置信限时，可用对数、概率、Weibull 模型、Spearman-Karber 模型、trimmed Spearman-Karber 模型等。对于苗生长的 ECx 和 ERx 以及置信限可用合适的衰退分析法。如有需要，R2 至少为 0.7 或者更高。试验浓度范围要覆盖 20 %～80 %的效应。可用统计方法估计 NOEC。

附 录 C
（规范性附录）
相容性要求

与其他肥料或物料混合施用时，应按表 C.1 选择与产品相容的肥料。

表 C.1 肥料相容性表

	尿素	硝酸铵	硫酸铵	硝酸钙	硝酸钾	氯化钾	硫酸钾	磷酸铵	铁锌铜锰的硫酸盐	铁锌铜锰的螯合物	硫酸镁	磷酸	硫酸	硝酸
尿素	√													
硝酸铵	√	√												
硫酸铵	√	√	√											
硝酸钙	√	√	×	√										
硝酸钾	√	√	√	√	√									
氯化钾	√	√	√	√	√	√								
硫酸钾	√	√	R	×	√	R	√							
磷酸铵	√	√	√	×	√	√	√	√						
铁锌铜锰的硫酸盐	√	√	√	×	√	√	R	×	√					
铁锌铜锰的螯合物	√	√	√	R	√	√	√	R	√	√				
硫酸镁	√	√	√	×	√	√	R	×	√	√	√			
磷酸	√	√	√	×	√	√	√	√	√	R	√	√		
硫酸	√	√	√	×	√	√	R	√	√	√	√	√	√	
硝酸	√	√	√	√	√	√	√	√	√	×	√	√	√	√

√＝相容；×＝不相容；R＝相容性下降

附 录 D
（资料性附录）
EN 13366—2001 译文

D.1 范围

本标准规定了一种使用阳离子交换树脂测定化肥肥料中螯合的微量养分含量和微量养分螯合分数的方法。微量养分（痕量元素）指肥料中的钴、铜、铁、镁和锌。

此方法适用的肥料应满足以下条件：

含有一种或多种微量养分：钴、铜、铁、镁、锌。

与一种或多种螯合剂作用。螯合剂可以是预先按照 EN 13368-1、EN 13368-2 测定的多聚氨基酸类，多聚羧酸类化合物。螯合剂可以单独存在或与大量元素（N，P，K）或中量元素（S，Na，Ca，Mg）养分配位。

螯合的微量养分含量的检出限为 0.005 %～0.5 %（0.005 %对应简单螯合物及微量养分含量较高的螯合物；0.5 %对应更加复杂的情况，见 D.7.2）。

D.2 规范性引用文件

本欧洲标准包含注日期以及未注日期的参考文献，也包含其他出版物的规定。这些引用的规范类文献在文中的适当部分已有引用标记，原文献在文后列出。

对于注明日期的参考文献，随后如原文献经过补充修订，只有当其补充修订部分加入此项欧洲标准并明确指出，否则其补充修改部分不影响该项标准。

对于未注明日期的参考文献，以该文献的最终版本（包括补充修订部分）为准。

EN 1482 固态肥料和石灰质材料的取样

EN 13368-1 肥料——离子色谱法测定螯合剂 第 1 部分：EDTA、HEDTA 和 DTPA

EN 13368-2 肥料——离子色谱法测定螯合剂 第 2 部分：EDDHA 和 EDDHMA

EN ISO 2696 分析实验室用水——规范和测试方法（ISO 3696：1987）

D.3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准：

D.3.1

螯合分数

一种微量养分的螯合部分的浓度除以总浓度，以百分数表示。

D.4 原理

样品用水萃取，调整萃取液 pH 值至中性，以使一种含有一个负的或中性电荷螯合形式的元素不被具有正电性的强磺化阳离子型离子树脂捕获，从而与带有阳离子性质的未螯合部分分离。

分离后收集螯合部分，通过光谱方法测定含量以及元素总含量。

D.5 测定干扰

任何含有一种微量养分在 pH 值呈中性时通过螯合或配合形成的稳定的负电性或中性化合物，在树脂的作用下都会产生旋转禁阻，归因于一定程度的螯合。这种现象在许多配合剂中都存在（例如：氨基酸，柠檬酸），除乙二胺四乙酸（EDTA）、羟基乙二胺三乙酸（HEDTA）、二亚乙基三胺五乙酸（DTPA）、乙二胺邻二羟基乙酸（EDDHA）和乙二胺二邻羟基对甲基苯基乙酸（EDDHMA）外的螯合剂都存

在此类情况。

注意：为了确定样品中特定螯合剂的存在，应参照 EN 13368-1 和 EN 13368-2。

在某些情况下，尤其是在处理含磷量高的复混肥料基质或由于微量养分螯合分数低，与树脂接触时产生缓慢沉淀反应，导致平衡移动、吸附、交换能力减弱从而导致结果偏差。此种情况下，建议加快全程操作速度。高度不稳定的溶液不在考虑范围。

D.6 仪器

注意：所有的与样品和溶液接触的玻璃仪器、过滤装置和仪器部件都应满足微量养分分析的要求，干净无污染，尤其不能含有钴、铜、铁、锰、锌等杂质。

实验室通用仪器如下：

D.6.1 试验筛，塑料主体和尼龙筛网，其孔径小于树脂颗粒的最小直径。干燥的试验筛应称准至 0.01 g。

D.6.2 振荡器，滚动式或旋转式振荡器，转速应能控制在 30 r/min 和 40 r/min 之间，温度 18 ℃～22 ℃。

D.6.3 电导仪，应配备电导池和温控装置。电导池在浸入前应充分洗净、干燥，并在 0.01 mol/L 氯化钾溶液中校准(0.01 mol/L 氯化钾溶液 20 ℃时电导率为 1.28 mS/cm)。

D.6.4 振动烧瓶，50 mL 具塞聚乙烯烧瓶。

D.6.5 薄膜过滤器，防水溶液薄膜过滤器，孔径 0.45 μm。

D.7 试剂

D.7.1 总则

所有实验用水都应符合 EN ISO 3696 标准并在使用前沸腾除气；

所有试剂纯度都应确认为分析纯。

D.7.2 磺化阳离子交换树脂

D.7.2.1 总则

采用聚苯乙烯二乙烯基苯(PS-DVB)共聚物，有弱交联作用(DVB 的质量分数≤8 %)，钠盐或质子形式，不含钴、铜、铁、锰和锌。

D.7.2.2 交换能力的准备和测定

树脂使用前应预先质子化，转化为钠离子形式以去除污染物，测量钠离子树脂在润湿状态下的阳离子交换能力(CEC)，具体操作如下：

1) 将 50 g 树脂转移至 500 mL 烧杯中，加入 250 mL 的盐酸溶液。
2) 将烧杯放置于磁力搅拌器上。
3) 中速搅拌 1 h 之后，悬浮物转移至筛子上。
4) 树脂回收，转移回烧杯。
5) 根据说明重复酸化和分离。
6) 在第二项操作的最后，停留在筛子上的质子化树脂用水完全洗脱直至硝酸银检测洗脱水中不含有氯离子为止。
7) 将湿润的质子化树脂转移至 500 mL 烧杯中，加入 250 mL 氯化钠溶液。
8) 使用 pH 计监测，磁力搅拌下使用氢氧化钠溶液进行滴定，直至 pH 计读数稳定在 7.0。
9) 以 V_0 表示需要的氢氧化钠溶液的体积，单位为毫升(mL)。
10) 将以钠盐形式存在的树脂定量转移至筛子上。
11) 用水完全洗脱直至洗脱液中没有氯离子(硝酸银实验)。
12) 洗脱完毕后，树脂脱水。

13) 称量脱水后的湿树脂(精确至 0.01 g)。质量用 P 表示,单位为克(g)。

14) 湿润的钠树脂可以用具塞的不透明烧瓶贮存,在环境温度下可以存放 2 年。树脂的阳离子交换能力可用下述方程式表示:

$$CEC=2V_0/P$$

式中:

CEC——湿树脂的阳离子交换能力,单位为毫摩尔每克(mmol/g)。

D.7.3 盐酸,$c(HCl)\approx6$ mol/L:盐酸,1+1 溶液。

D.7.4 盐酸溶液,$c(HCl)=1$ mol/L:将 165 mL 盐酸溶液(D.7.3)稀释至 1 L。

D.7.5 氯化钠溶液,$c(NaCl)=1$ mol/L:将 58.4 g NaCl 溶解于水中,并定容至 1 L。

D.7.6 氢氧化钠溶液,$c(NaOH)=2$ mol/L:将 80.0 g NaOH 小心地溶解于水中,并定容至 1 L。

D.7.7 氢氧化钠溶液,$c(NaOH)=0.1$ mol/L:将 25 mL NaOH 水溶液(D.7.6)稀释至 500 mL。

D.7.8 硝酸溶液,$c(HNO_3)=0.1$ mol/L:将 6.9 mL HNO_3(65 % HNO_3,$\rho=1.40$ g/mL)小心稀释至 1 L。

D.7.9 氢氧化钠溶液,$c(NaOH)=0.01$ mol/L:将 50 mL NaOH 水溶液(D.7.7)稀释至 500 mL。

D.7.10 硝酸溶液,$c(HNO_3)=0.01$ mol/L:将 50 mL HNO_3 溶液(D.7.8)稀释至 500 mL。

D.8 实验步骤

D.8.1 样品制备

样品制备参照 EN 1482。

注 1:样品制备亦可参照方法 1。

注 2:对于螯合剂含量较高的样品,不推荐使用高速实验研磨机。这种情况下可以方便地使用研钵研磨样品至粒径小于 1 mm。

D.8.2 样品的萃取

称取一定量的样品,按标明的水溶性微量养分,按表 D.1 称取一定量的试样(精确至 0.01 g)加入至 250 mL 或 500 mL 容量瓶中:

表 D.1 样品质量/体积

微量养分含量/%	<0.01	0.01~5	>5
样品质量 E/g	10	5	2
萃取液体积 V/mL	250	500	500

若使用 250 mL 容量瓶,则加入约 200 mL 水;若使用 500 mL 容量瓶,则加入约 400 mL 水。

塞紧烧瓶,充分振摇使物质分散均匀,然后置于振荡器上振摇 30min。

用水定容至刻度,混合均匀,过滤。

使用电导仪,测定 20 ℃时滤液的电导率。电导率应不超过 1.5 mS/cm。否则应稀释滤液直至电导率小于 1.5 mS/cm。以 D 表示稀释因子。

注 1:水相萃取液不能通过酸化稳定,因为在酸性条件下,螯合物可能解离或沉淀,此外树脂也可能质子化。必须立刻进行萃取分析直至得到接触液。

注 2:电导率上限 1.5 mS/cm 对应的离子浓度≤0.01 mol/L 的情况。其数值取决于溶液中存在的每一种离子的固有电导率,另外树脂效能对其影响大约是样品离子浓度的 10 倍。

注 3:螯合元素的检出限取决于它的水溶性部分,螯合分数和基质复杂性(matrix complexity)。样品中的阳离子(例如:铵离子、钾离子、钠离子、钙离子、镁离子)可与未螯合的微量养分竞争树脂上的交换位点,其竞争性受离子类型和 pH 值呈中性时的浓度影响各不相同。对于简单基质中的高浓度螯合微量养分,检出限可以达到 0.005 %。对于复杂基质中的低浓度螯合微量养分,因要稀释高导电性的溶液,微量养分浓度可能降低至光谱检测检出限以下。如出现此种情

况，检出限可能增加至0.5 %。

D.8.3 pH值的调节

移取50 mL滤液至100 mL烧杯中。调节pH值至7.0。首先使用氢氧化钠溶液或硝酸溶液。当pH值接近7.0时，改用更稀的溶液。直至pH计指示pH值在5 min之内稳定(上下波动在0.05)时，pH值方调节完成。将溶液定量转移至100 mL容量瓶中，用水定容，混匀。如果有沉淀产生，则需过滤方可进行下一步操作。

注意：pH值的调节可能需要较长时间，尤其是当体系中有缓慢的沉淀反应发生时。

D.8.4 离子交换分离

称取湿润的钠树脂R(g)(精确至0.01 g)，对应于2.5 mmol(R=2.5/CEC)。——将树脂放置于振动烧瓶中，并用移液管移取25 mL试样溶液加入振动烧瓶。

盖紧烧瓶，在振荡器上振摇4 h，控制温度在18 ℃～22 ℃。在振摇时应避免烧瓶见光。可在暗室中振摇或用铝箔覆盖瓶壁以避光。振摇完毕后，将烧瓶中的物质一次性滤入100 mL容量瓶。每次用约20 mL水淋洗树脂，共淋洗三次，洗脱液转移至容量瓶中。加入5 mL盐酸溶液，用水定容至刻度，摇匀。最后得到的滤液相为“接触溶液”。若烧瓶中出现浑浊，用0.45 μm的薄膜过滤器过滤。分离得到的微量养分浓度可被测定，从而计算得到螯合分数详见C.8.5、C.8.6和C.9。

D.8.5 光谱分析

用原子吸收光谱(AAS)或感应耦合电浆原子发射光谱(ICP)等仪器测定接触溶液中微量养分浓度。使用原子吸收光谱(AAS)时应参照参考文献中指出的合适的EC方法。用$d(i)$表示接触溶液中微量养分的浓度，单位为毫克每升(mg/L)。

D.8.6 总微量养分浓度的测定

用原子吸收光谱(AAS)或电感耦合等离子发射光谱(ICP)等仪器测定样品中总微量养分浓度。使用原子吸收光谱(AAS)时应参照参考文献中指出的合适的EC方法。用T表示样品中的总微量养分浓度，T是一个质量分数，用百分数表示。

D.9 测定结果的表示

D.9.1 肥料中螯合的微量养分浓度

肥料中螯合的微量养分(i)浓度用$Ch(i)$表示。$Ch(i)$是一个质量分数，以%表示。表达式如下：

$$Ch(i)=\frac{8d(i)VD}{10^4E}$$

式中：

E——试料的质量，单位为克(g)；

V——萃取液体积，单位为毫升(mL)；

$d(i)$——接触溶液中微量养分(i)的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

D——稀释因子(参见8.2)。

D.9.2 肥料中微量养分的螯合分数

微量养分(i)的螯合分数$F(i)$代表螯合的微量养分浓度$Ch(i)$与肥料中总微量养分浓度$T(i)$之比，以%表示，表达式如下：

$$F(i)=\frac{Ch(i)}{T(i)}\times 100$$

式中：

$Ch(i)$——螯合的微量养分(i)浓度，以%表示；

$T(i)$——总微量养分(i)浓度，以%表示。

D.9.3 C.9.3 精确度

结果基于3个不同的协同实验，由9个～10个实验室参加，只有5个实验室完成了所有的测定。

对于每一个系列的实验，置信水平为95 %时，重复性限和再现性限分别为：

重复性限：$r=10$ %

再现性限：$R=18$ %

D.10 测试报告

测试报告应包含以下信息：

提及本标准；

完整识别样品所需的全部信息；

测试结果；

需详细阐明在本欧洲标准中未规定操作，或认为是另外的可选操作。任何可能影响测试结果的因素都应列入报告中。

附 录 E
（资料性附录）
使用说明示例

使用方法

1. 灌根（喷灌、滴灌等）

兑水浓度：800 倍～1500 倍

每亩用量：每次 1 kg～2 kg

每隔 7 d～10 d 施肥一次（漫灌适当加大用肥量）

2. 叶面喷施

兑水浓度：1 000 倍～2 000 倍

每喷雾器水（15 L）加入 15 g～20 g

每隔 7 d～10 d 喷施一次。

适用作物及施肥指导

	推荐作物	使用时期	倍数及用法	作用
果树	荔枝 / 龙眼 / 芒果 / 柿子 / 甘蔗	结果期	喷施： 1 000 倍～2 000 倍 7 d～10 d 一次 灌施： 800 倍～1 500 倍 7 d～10 d 一次	防裂果、防脐腐病促进果实着色、增甜、膨大、果色光亮
	香蕉 / 枇杷 / 莲雾 / 杨桃 / 猕猴桃			
	蜜橘 / 橘橙 / 砂糖橘 / 柚子			
	水蜜桃 / 李 / 梨 / 苹果 / 杏 / 枣 / 大樱桃 / 杨梅			
	罗汉果 / 葡萄 / 草莓			
瓜类及蔬菜	甜瓜 / 西瓜 / 冬瓜 / 丝瓜 / 黄瓜 / 西葫芦	生长中后期		
	番茄 / 辣椒 / 茄子			
	豆角 / 兰豆等豆类			
	菜心 / 通菜 / 西洋菜 / 菠菜 / 白菜 / 生菜 / 油菜等叶菜			
经济作物	烟叶 / 茶树 / 桑树 / 水稻 / 棉花 / 小麦 / 茉莉 / 花卉			
	人参 / 田七 / 山药 / 百合 / 川穹 / 铁皮石斛 / 土豆等			

注意事项：

1） 作物生长苗期或遇干旱、霜冻等不良环境时应酌情减少用量，增大稀释倍数。

2） 本说明中稀释倍数指肥液通过毛管时的稀释浓度；叶面喷施应选择傍晚或阴天无风时进行。

3） 可与多种农药混合使用，但避免与强碱性农药混合使用。

4） 使用前，应取少量肥料与可能混用的物料、灌溉水等进行相容性检查。

5） 开封后应尽快使用，如出现吸湿结块，质量不受影响，仍可继续使用。

6） 本品对区域及土壤无特殊要求，因各地作物、土壤、气候及施肥习惯不同，用户应结合实际确定适宜的施肥量、施肥方法及施肥时期，如有疑问请参照当地土肥部门意见或拨打服务热线。