



团 体 标 准

T/ CEATEC XXXX—XXXX

利用超/亚临界技术处理鸡粪制备小分子肽 氨基酸水溶肥

Preparation of Small-Molecule Peptide and Amino Acid Water-Soluble Fertilizer
from Chicken Manure via Supercritical/Subcritical Technology

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2025 – XX – XX 发布

2025 – XX – XX 实施

中国欧洲经济技术合作协会 发 布

目 次

前言 III

引言 IV

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 基本要求 2

 4.1 原料 2

 4.2 工艺用水 2

 4.3 温度控制 2

 4.4 压力控制 2

 4.5 排放 2

5 设备保障 2

 5.1 设备设计 2

 5.2 设备维护 2

 5.3 设备监测控制 3

6 工艺流程 3

 6.1 原料预处理 3

 6.2 进料 3

 6.3 启动与预热 3

 6.4 超/亚临界反应 3

 6.5 冷却与减压 4

 6.6 气液固分离 4

 6.7 水溶肥精制 4

 6.8 调配 4

7 检测方法 4

 7.1 感官检测 4

 7.2 原料检测 4

 7.3 成分检测 4

 7.4 水溶性检测 4

 7.5 工艺参数检测 4

8 检验规则 4

 8.1 检验分类 4

 8.2 批次划分 5

 8.3 抽样方法 5

 8.4 判定规则 5

9 标志、包装、运输和贮存 5

 9.1 标志 5

9.2 包装 5

9.3 运输 5

9.4 贮存 5

附录 A（规范性） 超/亚临界技术处理鸡粪制备小分子肽氨基酸水溶肥基本流程图 7

附录 B（规范性） 小分子肽含量测定的高效液相色谱（HPLC）操作方法 8

 B.1 原理 8

 B.2 试剂与材料 8

 B.3 仪器设备 8

 B.4 标准溶液配制 8

 B.5 样品处理 8

 B.6 色谱条件 8

 B.7 测定与计算 8

 B.8 精密度与回收率 9

前 言

本文件按照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》的规定起草。

本文件由中国欧洲经济技术合作协会提出并归口。

本文件起草单位：超亚临界(陕西)科技有限公司

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

引 言

本文件制定的目的是规范利用超/亚临界技术（超临界水热裂解技术、亚临界水热裂解技术）处理鸡粪制备小分子肽氨基酸水溶肥的生产流程、产品质量及检验要求，实现鸡粪资源化利用的标准化、无害化与高效化，助力农业废弃物循环利用及“双碳”目标落地。

本文件的发布机构提请注意，声明符合本文件时，可能涉及到第6章工艺流程与一种基于亚临界水热裂解畜禽粪便制备的小分子水溶肥方法的专利的使用。

本文件的发布机构对于该专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本文件的发布机构承诺，他愿意同任何申请人在合理且无歧视的条款和条件下，就专利授权许可进行谈判。该专利持有人的声明已在本文件的发布机构备案。相关信息可以通过以下联系方式获得：

专利持有人姓名：超亚临界（陕西）科技有限公司；地址：陕西省汉中市汉台区汉中路街道办事处天汉长街文化产业园A6号楼二楼D06室。

请注意除上述专利外，本文件的某些内容仍可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

利用超/亚临界技术处理鸡粪制备小分子肽氨基酸水溶肥

1 范围

本文件界定了超临界水、亚临界水等术语，规定了利用超/亚临界技术处理鸡粪制备小分子肽氨基酸水溶肥（以下简称“水溶肥”）的基本要求、工艺流程设备保障、检测方法、检验规则，以及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以鸡粪为主要原料，通过超/亚临界水热裂解技术处理制备的小分子肽氨基酸水溶肥的生产、检验应用。不适用于以其他畜禽粪便或有机废弃物为原料，或采用堆肥发酵、干燥法等非超/亚临界技术制备的同类水溶肥。

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 1.1 标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则
- GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定
- GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
- GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
- GB/T 6435 饲料中水分的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 13508 聚乙烯吹塑桶
- GB/T 17419 含有机质叶面肥料
- GB/T 18246 饲料中氨基酸的测定
- GB/T 23349 肥料中砷、镉、铬、铅、汞含量的测定
- GB/T 32951 有机肥料中土霉素、四环素、金霉素与强力霉素的含量测定 高效液相色谱法
- GB/T 36195 畜禽粪便无害化处理技术规范
- GB/T 40459 肥料中多种植物生长调节剂的定性筛选液相色谱-质谱联用法
- HJ 77.2 环境空气和废气 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法
- JJG 52 弹性元件式一般压力表、压力真空表和真空表检定规程
- JJG 229 工业铂、铜热电阻
- NY/T 525 有机肥料
- NY/T 1168 畜禽粪便无害化处理技术规范
- NY 1429 含氨基酸水溶肥料

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

超临界水 **supercritical water**

是指当水的温度和压力同时超过其临界点（临界温度374℃，临界压力22.1MPa）时，液态水与气态水蒸气的密度相等，两者完全交融形成的一种高压高温流体。在此状态下水的物理和化学性质发生显著变化，兼具液体和气体的特性。

3.2

亚临界水 **subcritical water**

指温度介于100℃~374℃之间，通过加压（通常低于临界压力22.1MPa）维持液态的高温水态。

3.3

小分子肽氨基酸水溶肥 small-molecule peptide amino acid water-soluble fertilizer

以鸡粪为原料，经超/亚临界技术（水热裂解），使蛋白质降解为小分子肽（分子量 ≤ 1000 Da肽类化合物）和游离氨基酸，并添加适量调剂，最终制成能够完全溶解于水的肥料。

注：添加适量调剂，主要是补充部分元素以及其他辅助成分，使其调节pH至适宜范围5.5~7.5。

3.4

鸡粪原料

用于超/亚临界处理的新鲜或半干鸡粪。

4 基本要求

4.1 原料

利用超/亚临界技术，原料应满足以下要求：

- 鸡粪含水率：20%；
- 重金属含量（干基）：铅（Pb） ≤ 50 mg/kg、镉（Cd） ≤ 10 mg/kg、砷（As） ≤ 15 mg/kg、汞（Hg） ≤ 2 mg/kg、铬（Cr） ≤ 100 mg/kg，应符合 NY/T 525 重金属的限量值；
- 应符合 NY/T 1168 无害化预处理要求；
- 违禁物质：不应检出抗生素（如土霉素、金霉素）、激素（如雌二醇），原料应控制初始含量；
- 杂质：不含石块、金属、塑料等大块异物。

4.2 工艺用水

应符合 GB/T 6682 中三级水及以上要求，无重金属、有机物污染。

4.3 温度控制

应符合 JJG 229 要求，采用铂热电阻传感器实时监测，温度波动范围 ± 5 °C。

4.4 压力控制

应符合 JJG 52 要求，采用弹性元件式压力表实时监测，压力波动范围 ± 0.5 MPa。

4.5 排放

4.5.1 无二次污染：反应全程封闭，无恶臭、粉尘、废水、二噁英排放，多氯联苯去除率 $\geq 99.99\%$ 。

4.5.2 二噁英检测应按 HJ 77.2 执行，检出量应 ≤ 0.1 pg TEQ/m³。

注1：0.1（数值）：表示二噁英类总TEQ数值，代表浓度水平的大小；

注2：pg（皮克）：表示极微量的质量单位，1 pg=10⁻¹²克（即1万亿分之一克）；

注3：TEQ（毒性当量）：表示二噁英类29种化合物（17种二噁英异构体、12种共平面多氯联苯）；

注4：m³（立方米）：体积单位，指检测的“介质体积”（通常是空气、工业废气、烟气等）中，每立方米该介质中的二噁英毒性总量。

5 设备保障

5.1 设备设计

5.1.1 应符合生产工艺要求，同时考虑设备的安全性能。如压力容器和蒸气发生器应满足相应的国家标准要求，设有安全阀、压力传感器、温度传感器等安全措施。

5.1.2 选择耐腐蚀性较好的材料（如 304 不锈钢耐腐蚀或碳锰钢等材料）用于设备制造，以防止设备的腐蚀和泄漏。

5.2 设备维护

5.2.1 设备应定期维护保养，包括设备的清洁、润滑、紧固等工作。

5.2.2 发现设备故障和缺陷时要及时修复或更换，以确保设备正常运行。

5.3 设备监测控制

- 5.3.1 通过安装温度、压力、液位等传感器和控制仪表，对设备的运行状态进行实时监测和控制。
- 5.3.2 应建立应急预案和应急措施，一旦发现设备出现异常情况及时处理。

6 工艺流程

6.1 原料预处理

- 6.1.1 将鸡粪运至预处理场所，经过整桶提升、除杂、打浆等工序，去除羽毛、石块等，降低杂质对管道、反应器的磨损，宜参考 GB/T 36195 的畜禽粪便无害化处理。

注：鸡粪运至预处理场所全过程为封闭罐式运输。

- 6.1.2 宜收集原料鸡粪，通过振动筛、磁选设备等，去除鸡毛、砂砾等杂质。
- 6.1.3 鸡粪含水率、固形物成分影响处理效率，应控制初始含水率（60%~80%可适配多数设备进料要求）。

6.2 进料

- 6.2.1 将初筛鸡粪与适量水混合调质（固液比 1:3~1:5），通过螺杆泵将预处理的鸡粪匀速泵入密闭反应堆。
- 6.2.2 进料速率与反应容量应相匹配，反应间歇式进行。

6.3 启动与预热

6.3.1 检查设备

检查反应釜内是否清洁，搅拌器、转动部分、附属机泵、指示仪表、安全阀、管路及阀门等是否达到安全要求，确保管道阀门开关状态符合工艺物料输送方向要求。

6.3.2 检查电气系统

检查控制柜各元器件是否正常，三相电压是否均衡，电压一般应在370 V~400 V范围内。

6.3.3 确认传感器和执行机构

确认所有传感器、执行机构连接正常，电源供电稳定。

6.3.4 设置参数

打开人机界面（HMI），进入主界面，根据生产工艺要求，设置反应温度、压力、搅拌速度等参数，并确认设置无误。

6.3.5 开启搅拌

投完物料后，将有关阀门调整到合适的启闭位置，开启搅拌，初期应加强检测搅拌运行状况，如有明显噪音和振动等异常需紧急停车处理、预热加温。

注：水的超临界状态为温度 $\geq 374\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、压力 $\geq 22.1\text{ MPa}$ ；亚临界一般指温度 $200\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 374\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、压力 $2\text{ MPa}\sim 22\text{ MPa}$ 。

6.4 超/亚临界反应

- 6.4.1 反应温度达到超/亚临界的基本温度和压力条件下，对原浆利用超/亚临界水的强氧化性进行反应，水解时长可参考附录 A。

注：无需额外添加大量氧化剂，水自身解离的 H^+ 、 OH^- 及高温高压环境促进自由基反应。

- 6.4.2 鸡粪中蛋白质、纤维素等有机物快速分解：蛋白质先水解为多肽，进一步断裂肽键生成小分子肽、氨基酸；碳水化合物（纤维素等）分解为糖类中间体，再转化为小分子有机物或直接矿化；部分含氮有机物转化为氨态氮、硝态氮等，可保留为水溶肥养分。

注：亚临界反应，控制温度 $250\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 280\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、压力 $15\text{ MPa}\sim 20\text{ MPa}$ ，反应时间 $25\text{ min}\sim 30\text{ min}$ ，通过蒸汽催化水解实现有机物低分子化；超临界反应，控制温度 $374\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、压力 $22\text{ MPa}\sim 25\text{ MPa}$ ，反应时间 $20\text{ min}\sim 25\text{ min}$ ，通过氧化水解将蛋白质分解为小分子肽和氨基酸。

6.5 冷却与减压

反应后高温高压产物经换热器冷却（降至100℃～200℃），减压阀减压（恢复常压或低压），使超临界水恢复常态。

6.6 气液固分离

冷却后物料进入分离装置，分离出以下物质：

- a) 气体：主要含CO₂、少量N₂等，可直接排放或收集净化；
- b) 液体：含小分子肽、氨基酸、可溶性无机盐（如钾、磷等），作为水溶肥粗液；
- c) 固体残渣：若反应不完全，残留的少量难降解物质，则作为副产品二次处理。

6.7 水溶肥精制

液体粗液经过滤（去除细微固体颗粒）、离子交换（调节离子组成，去除多余重金属离子）、膜分离（纳滤、超滤等），截留大分子杂质，保留小分子肽、氨基酸。

6.8 调配

6.8.1 补充中量、微量元素、调节pH至适宜范围5.5～7.5，最终制成小分子肽氨基酸水溶肥成品。

6.8.2 制成小分子肽氨基酸水溶肥成品，其元素限定含量指标应符合NY 1429要求。

7 检测方法

7.1 感官检测

7.1.1 外观深褐色至黑色均匀液体，无肉眼可见沉淀、异物。

7.1.2 气味无恶臭、异味，可通过嗅觉闻到带有浅淡的焦糖或咖啡气味。

7.2 原料检测

7.2.1 鸡粪含水率：按GB/T 6435测定。

7.2.2 鸡粪重金属：按GB/T 23349测定。

7.2.3 鸡粪抗生素/激素：按GB/T 32951测定抗生素，GB/T 40459测定激素。

7.3 成分检测

7.3.1 小分子肽含量：采用HPLC法测定（色谱柱：C18柱，流动相：水-乙腈（95:5，V_水/V_{乙腈}），检测波长：220 nm），具体步骤可参照本文件附录B操作方法。

7.3.2 氨基酸总量：按GB/T 18246测定。

7.3.3 pH值、重金属：按GB/T 17419测定。

7.3.4 微生物指标：菌落总数按GB 4789.2测定，大肠杆菌按GB 4789.3测定，沙门氏菌按GB 4789.4测定。

7.3.5 二噁英/多氯联苯：按GB/T 28643测定。

7.4 水溶性检测

水溶性检测按GB/T 17419测定。

7.5 工艺参数检测

7.5.1 温度/压力：通过设备自带的温度传感器（经计量校准）、压力传感器（经计量校准）实时记录，每日校准1次。

7.5.2 反应时间：通过设备控制系统计时，误差≤1 min。

8 检验规则

8.1 检验分类

8.1.1 出厂检验

每批次产品应进行出厂检验，检验项目包括：感官指标、氨基酸总量、pH值、水溶性、菌落总数、大肠杆菌等，依据第7章检测要求。

8.1.2 型式检验

每年应至少1次，若原料更换、工艺调整（如温度/压力参数变更）、设备大修后，应立即进行型式检验。

8.2 批次划分

以同一批鸡粪原料、同一工艺参数生产的产品为1个批次，每批次最大产量不应超过200 t。

8.3 抽样方法

从每批次产品中随机抽取3个以上包装，每个包装抽取不少于100mL样品，混合后取500mL作为检验样。

注：检验样分为2份，1份检验，1份留样，留样期6个月。

8.4 判定规则

8.4.1 若出厂检验/型式检验全部项目合格，则判定该批次产品合格。

8.4.2 若有1项（非安全性指标，如感官、pH值）不合格，可从同批次产品中加倍抽样复检，复检合格则判定合格；若复检仍不合格，判定该批次产品不合格。

8.4.3 若安全性指标（如重金属、二噁英、沙门氏菌）不合格，直接判定该批次产品不合格，不进入复检。

9 标志、包装、运输和贮存

9.1 标志

产品包装上应清晰标注以下内容：

- a) 产品名称；
- b) 产品编号（T/XXX XXXX-年份）；
- c) 生产厂家名称、地址、联系方式；
- d) 生产日期、批号、保质期；
- e) 净含量；
- f) 主要成分（如小分子肽含量、氨基酸总量等）；
- g) 警示语。

9.2 包装

9.2.1 包装材料：采用聚乙烯塑料桶，符合GB/T 13508要求，壁厚 ≥ 1.5 mm。

9.2.2 包装规格：净含量可为10 L、20 L、200 L，密封良好，无渗漏。

9.2.3 包装标识：每个包装外应贴有9.1规定的标志标签。

9.3 运输

9.3.1 运输过程中避免暴晒、雨淋、撞击。

9.3.2 不应与有毒有害化学品（如农药、重金属试剂）混运。

9.3.3 运输车辆应清洁、干燥，无异味。

9.4 贮存

9.4.1 贮存环境：阴凉、通风、干燥，温度区间5℃~30℃，避免结冰、高温暴晒或者频繁低温高温交替。

9.4.2 贮存要求：远离火源、有毒有害物品；堆叠高度不应超过3层。

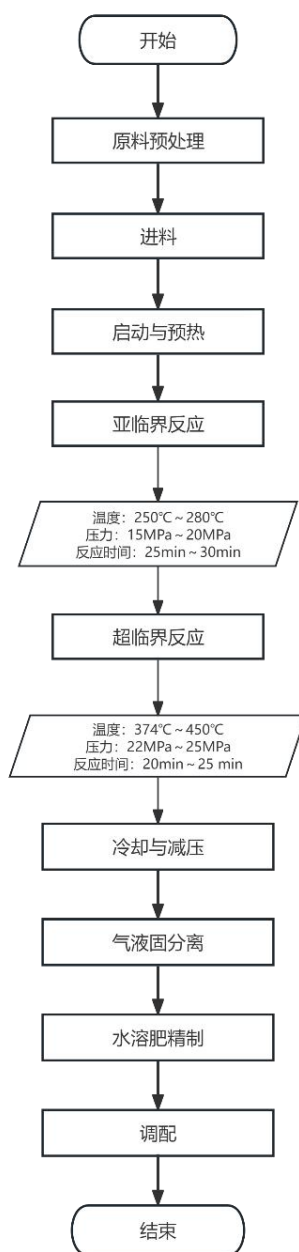
9.4.3 保质期：在符合贮存条件下，保质期 ≥ 12 个月（自生产日期起算）。

T/ CEATEC XXXX—XXXX

附录 A

(规范性)

超/亚临界技术处理鸡粪制备小分子肽氨基酸水溶肥基本流程图



附录 B

(规范性)

小分子肽含量测定的高效液相色谱 (HPLC) 操作方法

B.1 原理

样品经0.45 μm 微孔滤膜过滤后,注入高效液相色谱仪,在C18色谱柱上进行分离,紫外检测器(220 nm)检测,外标法计算小分子肽(分子量≤1000 Da)含量。

B.2 试剂与材料

B.2.1 乙腈:色谱纯。

B.2.2 磷酸:分析纯。

B.2.3 三级水:符合GB/T 6682对于三级水的要求。

B.2.4 小分子肽标准品:分子量500 Da~1000 Da(纯度≥98%)。

B.2.5 微孔滤膜:0.45 μm,有机相。

B.2.6 乙腈应密封避光储存、标准品应-20℃冷冻保存。

B.3 仪器设备

B.3.1 高效液相色谱仪:配备紫外检测器(或二极管阵列检测器)。

B.3.2 色谱柱:C18柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm)。

B.3.3 分析天平:精度0.1 mg。

B.3.4 超声波清洗器。

B.3.5 容量瓶:100 mL、50 mL。

B.4 标准溶液配制

B.4.1 标准储备液:准确称取0.1000 g小分子肽标准品,用三级水溶解并定容至100 mL,浓度为1000 μg/mL。

B.4.2 标准工作液:分别吸取标准储备液0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL至50 mL容量瓶,用三级水定容,浓度分别为10 μg/mL、20 μg/mL、40 μg/mL、100 μg/mL、200 μg/mL。

B.5 样品处理

B.5.1 吸取10 mL 样品于50 mL容量瓶中,用三级水稀释至刻度,摇匀。

B.5.2 取上述稀释液5 mL,经0.45 μm微孔滤膜过滤,收集滤液作为待测液(若样品浑浊,可采用超声处理10 min后过滤)。

B.6 色谱条件

B.6.1 流动相:乙腈-0.1%磷酸水溶液(体积比10:90)。

B.6.2 流速:1.0 mL/min。

B.6.3 柱温:30℃。

B.6.4 检测波长:220 nm。

B.6.5 进样量:10 μL。

B.6.6 运行时间:20 min。

B.7 测定与计算

B.7.1 标准曲线绘制：按上述色谱条件测定标准工作液，以峰面积为纵坐标（ y ）、浓度为横坐标（ x ， $\mu\text{g/mL}$ ），绘制标准曲线，得到回归方程（ $R^2 \geq 0.999$ ）。

B.7.2 待测液浓度（ x ）通过回归方程计算公式可得出：

$$y = ax + b \quad \text{..... (B. 1)}$$

式中：

y ——峰面积；

a ——斜率；

x ——待测液浓度；

b ——截距。

注：峰面积（ y ）可通过HPLC自动读取关联各浓度对应的峰面积，选择“线性拟合”模型可自动读取斜率（ a ）、截距（ b ）及决定系数（ R^2 ）。

B.7.3 样品测定：按相同色谱条件测定待测液，记录峰面积，代入回归方程计算待测液中小分子肽浓度（ x ， $\mu\text{g/mL}$ ）。

B.7.4 依据附录B的操作步骤，样品液体小分子肽含量计算公式如下：

$$X_1 = 0.5 \times x \quad \text{..... (B. 2)}$$

式中：

X_1 ——小分子肽含量，单位为 $\text{mg}/100\text{mL}$ ；

x ——待测液浓度，单位为 $\mu\text{g/mL}$ 。

B.7.5 若称取 C g固体样品，用三级水溶解并定容至 V mL，再按B.5步骤稀释（10 mL定容至50 mL，取5 mL过滤），则样品固体小分子肽含量计算公式如下：

$$X_2 = \frac{x \times V}{10 \times C} \quad \text{..... (B. 3)}$$

式中：

X_2 ——固体样品中小分子肽含量，单位 $\text{g}/100\text{g}$ ；

x ——待测液浓度，单位为 $\mu\text{g/mL}$ ；

V ——固体样品初始定容体积，单位为 mL ；

注：公式中分式“ $\div 10$ ”是将“ μg ”换算为“ g ”（ $1\text{g}=10^6\mu\text{g}$ ，结合稀释倍数后简化为“ $\div 10$ ”）

B.8 精密度与回收率

B.8.1 精密度：同一样品平行测定6次，相对标准偏差（RSD） $\leq 5\%$ 。

B.8.2 回收率：在已知含量的样品中添加标准品，回收率应在90%~110%。