

中华人民共和国国家标准

农业用腐植酸钾

编 制 说 明

标准编制组

《农业用腐植酸钾》

国家标准编制说明

1. 工作简况（包括任务来源、协作单位、主要工作过程、国家标准主要起草人及其所做工作等）

1.1 任务的来源

根据《国标委综合[2013]90号文件》（2013年第二批国家标准修订计划）要求，开展了《农业用腐植酸钾》国家标准的制定工作，本标准由中国石油和化学工业联合会提出，全国肥料和土壤调节剂标准化技术委员会归口，本标准由新疆双龙腐植酸有限公司、辽宁普天科技有限公司、香港中向国际有限公司负责起草，项目计划编号为20131366-T-606。

1.2 本标准制定主要工作过程

在接到国家标准委下达的《农业用腐植酸钾》国家标准编制计划后，由新疆双龙腐植酸有限公司、辽宁普天科技有限公司、香港中向国际有限公司北京公司抽调专业技术人员组成了《农业用腐植酸钾》标准起草组，开展本标准制定的各项工作。

(1) 样品的收集

标准编写组在全国范围内农业用腐植酸钾主要生产地区（新疆、内蒙、黑龙江、陕西、江西、云南、山东等）进行样品采集，其中涉及到风化煤、褐煤、泥炭三种原料样品，其中泥炭样品委托由香港中向国际有限公司北京公司收集。同时通过实地考察、各种类型展会和交流会、电话咨询、腐植酸工作组成员及成员单位搜集等多种方式获得样品。共采集到有代表性农业用腐植酸钾样品19个，泥炭类型样品6个，其中草本泥炭样品5个，木本泥炭样品1个。样品详细情况见表1：

表1 样品编号和产地来源

样品编号	原有编号	产地来源	
C174	/	新疆双龙腐植酸有限公司	标注为风化煤
W091	78	黑龙江齐齐哈尔富尔塔河	标注为褐煤
W092	102	黑龙江省汤原县鹤立化工厂	标注为褐煤
W093	120	黑龙江佳禾	标注为褐煤
W095	163	黑龙江塔河	
W096	10	新疆双龙腐植酸有限公司	标注为风化煤
W097	109	新疆昌吉市元翔化工厂	标注为褐煤
W099	182	陕西鼎元济农腐植酸制品有限公司	

W101	94	山东创新	
W102	125	江西萍乡市三叶唐化工厂（硝钾）	标为注风化煤
W103	126	江西萍乡三叶唐化工厂	标为注风化煤
W104	160	河北省保定万园生物化学有限公司	标为注风化煤
W105	197	山西省太原美邦（FA-K）	
W106	29	湖南长沙	
W107	58	贵州省绿大地	
W108	64	云南省昆明示迪肥料（FA-K）	
C179	/	新疆双龙腐植酸有限公司	标为注风化煤
W154	/	乌海市金素腐植酸有限公司	
W155	/	呼和浩特市世霖复合肥有限公司（FA-K）	

标准起草组采集的样品能够比较全面的代表我国农业用腐植酸钾生产企业的技术水平，利用这些样品得到的检测数据能够适用于我国农业用腐植酸钾产品技术指标的评价。

（2）查阅相关文献、资料

标准起草组在制定该标准前期到标准管理部门及利用互联网多次查询腐植酸钾产品相关标准，但是目前腐植酸钾有效的国家及行业标准均处于空白状态，主要以少量企业标准形式存在。但是根据腐植酸钾与腐植酸钠以及腐植酸铵具有一些共同特性，现行的 HG/T 3278-2011《农业用腐植酸钠》标准以及 HG/T 3276-2012《腐植酸铵肥料分析方法》两项标准具有十分重要的参考意义。

（3）提出实验方案

根据采集到的样品和查阅的相关标准、文献，标准起草组提出了标准方法的实验方案，确定了可溶性腐植酸含量、氧化钾含量、水不溶物含量、水分含量、钠含量、pH值以及汞、砷、镉、铅、铬有害重金属等考察技术指标。可溶性腐植酸含量测定方法主要以重量法进行，酸沉淀的 pH 确定为 1.0，对样品取样量、提取剂适宜用量、提取时间、酸化沉淀中的洗涤标准等进行重点验证试验；氧化钾的测定采用国标 GB/T 17767.3-2010《有机-无机复混肥料的测定方法 第三部分：总钾的测定》中的四苯硼钾重量法，对样品的前处理采用 1:12 盐酸进行抽提的方式进行试验验证；钠含量采用火焰光度法测定进行试验验证；水分、水不溶物含量和 pH 值参照 HG/T 3278 标准相关内容进行；汞、砷、镉、铅、铬有害重金属参照 GB 18877 标准相关内容进行。

（4）形成标准征求意见稿

标准起草组就实验方案中的提出的技术指标进行了验证分析实验，形成了该标准的征求意见稿，上报全国肥料和土壤调理剂标准技术委员会腐植酸肥料工作组，向全国腐植酸研究机构、企业等征求意见。

2. 国家标准编制原则和确定国家标准主要内容

2.1 标准编制原则

本标准的制定根据 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第 1 部分：标准的结构与编写规则》、GB/T 20001.4-2001《标准编写规则第 4 部分：化学分析方法》的规定进行本标准的编制工作。以综合标准化思想为指导，依据近现代科学研究成果为依据，以有利于指导企业生产农业用腐植酸钾、利于腐植酸资源合理开发利用、和利于与国际及发达国家检测方法接轨为原则，以适应我国农业用腐植酸钾的产品质量检测为基准，确保标准的统一性、科学性、系统性、实用性。

2.2 确定国家标准主要内容

标准起草组在查阅相关文献和标准的基础上，综合考虑，提出了“农业用腐植酸钾”标准的主要内容：

2.2.1 适用范围：标准适用于以矿物源腐植酸为原料，通过氢氧化钾活化处理制成的腐植酸钾。

2.2.2 产品技术指标：确定了可溶性腐植酸含量、氧化钾含量、水不溶物含量、水分含量、钠含量、pH值以及汞、砷、镉、铅、铬有害重金属等考察技术指标。

2.2.3 试验方法：可溶性腐植酸含量测定方法主要以重量法进行，对样品取样量、提取剂适宜用量、提取时间、酸化沉淀中的洗涤标准等进行重点验证试验；氧化钾的测定采用国标 GB/T 17767.3-2010《有机-无机复混肥料的测定方法 第三部分：总钾的测定》中的四苯硼钾重量法，对样品的前处理采用 1:12 盐酸进行抽提的方式进行试验验证；钠含量采用火焰光度法测定进行试验验证；水分、水不溶物含量和 pH 值参照 HG/T 3278 标准相关内容进行；汞、砷、镉、铅、铬有害重金属参照 GB 18877 标准相关内容进行。

3. 主要试验（或验证）的分析、综述报告

3.1 可溶性腐植酸含量测定试验

可溶性腐植酸的测定采用重量法，对取样量、提取剂量、提取时间以及酸沉淀中洗涤标准及灰分校正可溶性腐植酸含量进行了验证，并对烘箱干燥法与真空干燥法进行了对比。

3.1.1 不同取样量、提取剂量、提取时间对可溶性腐植酸含量的影响

为确定取样量、提取剂量、提取时间，在用水做抽提剂，沸水浴下抽提，用滤纸过滤并用水洗涤至滤液无色，收集滤液并酸化沉淀 $\text{pH}=1.0$ ，滤纸过滤用水 100mL 洗涤沉淀，将滤纸和沉淀物放入恒温干燥箱内，在 $105\pm 5^{\circ}\text{C}$ 下干燥恒重，灰化称重计算。

(1) 最佳条件（提取时间 30 分钟、提取剂 100mL）下可溶性腐植酸含量（%）

通过一系列实验，确定其最佳提取剂量为 100 毫升、提取时间为 30 分钟，具体数据见表 2

表 2 最佳条件（提取时间 30 分钟、提取剂 100ml）下可溶性腐植酸含量（%）

样品编号	称样量 0.5g		称样量 1.0g		称样量 1.5g	
	平均值	相对相差	平均值	相对相差	平均值	相对相差
C174	61.00	4.56	62.32	0.30	61.95	1.37
W091	39.93	0.65	39.90	2.13	41.59	3.20
W092	35.89	6.27	37.50	0.13	36.88	4.15
W093	33.78	1.95	37.83	3.78	36.52	3.94
W095	41.07	0.46	40.94	3.20	/	/
W096	44.89	5.37	48.25	2.82	47.57	5.17
W097	58.85	1.04	58.10	4.32	57.23	1.73
W099	60.55	1.80	59.00	0.46	/	/
W101	48.33	0.50	50.10	0.46	49.04	1.16
W102	31.99	0.53	32.95	1.00	34.58	3.21
W103	31.27	0.22	31.07	0.32	/	/
W104	45.22	3.63	48.93	1.47	/	/
W105	48.94	5.60	50.57	1.11	/	/
W106	29.33	10.57	31.09	4.89	/	/
W107	37.15	1.40	39.66	0.93	37.49	5.60
W108	41.34	3.85	45.10	2.28	45.05	2.44
C179	46.11	1.04	50.78	2.32	47.57	0.69
W154	50.30	4.57	51.42	3.48	52.13	2.15
W155	44.59	3.27	44.69	0.43	47.83	0.52
平均值 A	43.71	3.01	45.27	1.89	/	/
平均值 B	/	/	46.05	1.88	45.80	2.72

平均值 A 为 19 个样品称 0.5 克样、1.0 克样可溶性腐植酸含量的平均值及平均相对相差；平均值 B 为 13 个样品称 1.0 克样、1.5 克样可溶性腐植酸含量的平均值及平均相对相差。

分析结果表明：1.0 克样时可溶性腐植酸平均含量明显高于 0.5 克样、1.5 克样的可溶性腐植酸平均含量；1.0 克样的相对相差平均值明显低于 0.5 克样、1.5 克样的相对相差平均值。

由于 1.0 样品可溶性腐植酸提取率较高，分析结果重现性好，相对相差值显著低于 0.5 克样和 1.5 克样品，因此适宜称样量确定为 1.0 克

（2）不同称样量的不同提取剂用量试验

提取时间在的 30 分钟情况下，不同称样量、不同提取剂可溶性腐植酸含量见表 3

表 3 不同提取剂量下可溶性腐植酸含量 (%)

样品 编号	称样量 0.5g				称样量 1.0g				称样量 1.5g			
	100ml		150ml		100ml		150ml		100ml		150ml	
	平均 值	相对 相差	平均 值	相对 相差	平均 值	相对 相差	平均 值	相对 相差	平均 值	相对 相差	平均 值	相对 相差
C174	61.00	4.56	61.02	1.34	62.32	0.30	61.43	0.21	61.95	1.37	62.26	0.66
W091	39.93	0.65	40.23	10.91	39.90	2.13	40.18	3.14	41.59	3.20	41.88	3.18
W092	35.89	6.27	37.42	4.41	37.50	0.13	36.67	1.20	36.88	4.15	37.26	2.07
W093	33.78	1.95	35.16	8.85	37.83	3.78	34.93	1.15	36.52	3.94	36.73	4.79
W095	41.07	0.46	41.91	1.07	40.94	3.20	42.24	2.13	/	/	/	/
W096	44.89	5.37	48.38	2.69	48.25	2.82	47.51	2.78	47.57	5.17	47.89	6.12
W097	58.85	1.04	57.92	4.56	58.10	4.32	57.60	1.86	57.23	1.73	59.19	3.35
W099	60.55	1.80	58.33	1.75	59.00	0.46	58.57	0.05	/	/	/	/
W101	48.33	0.50	49.94	4.16	50.10	0.46	49.51	0.79	49.04	1.16	50.82	1.18
W102	31.99	0.53	32.40	4.20	32.95	1.00	31.31	2.65	34.58	3.21	33.91	1.03
W103	31.27	0.22	29.08	3.06	31.07	0.32	29.63	4.89	/	/	/	/
W104	45.22	3.63	45.54	4.39	48.93	1.47	46.55	1.33	/	/	/	/
W105	48.94	5.60	50.84	5.65	50.57	1.11	48.62	2.67	/	/	/	/
W106	29.33	10.57	28.23	2.90	31.09	4.89	33.71	1.66	/	/	/	/
W107	37.15	1.40	36.03	1.75	39.66	0.93	38.73	2.48	37.49	5.60	38.72	0.21
W108	41.34	3.85	41.44	5.79	45.10	2.28	44.81	1.32	45.05	2.44	45.68	5.76
C179	46.11	1.04	47.06	1.70	50.78	2.32	48.08	2.48	47.57	0.69	47.71	2.08
W154	50.30	4.57	50.30	1.35	51.42	3.48	49.87	1.82	52.13	2.15	51.76	0.99
W155	44.59	3.27	45.77	2.64	44.69	0.43	44.97	2.80	47.83	0.52	46.73	0.45
平 均 值 A	43.71	3.01	44.05	3.85	45.27	1.89	44.47	1.97	/	/	/	/
平 均 值 B	/	/	/	/	46.05	1.88	45.05	1.90	45.80	2.72	46.20	2.45

平均值 A 为 19 个样品 0.5 克样、1.0 克样可溶性腐植酸含量的平均值及平均相对相差；从平均结果来看 1.0 克样可溶性腐植酸含量明显高于 0.5 克，且平均相对相差也显著低于 0.5 克样品。

平均值 B 为 13 个样品称 1.0 克样、1.5 克样可溶性腐植酸含量的平均值及平均相对相差；从平均结果来看 1.0 克、1.5 克样可溶性腐植酸含量基本一致，但是就平均相对相差来看，1.0 克样较低。

1.0 克 100 毫升提取剂可溶性腐植酸最低含量 31.07%，最高含量 62.32%，平均相对相差 A、B 分别为 1.89%、1.88%；150 毫升提取剂可溶性腐植酸最低含量 29.63%，最高含量 61.43%，平均相对相差 A、B 分别为 1.97%、1.90%；

分析结果表明：1.0 克样从可溶性腐植酸含量、相对相差这两个指标来看、都优于

0.5 克及 1.5 克；对 1.0 克样来说，100 毫升提取剂从可溶性腐植酸含量及平均相对相差来看都略优于 150 毫升提取剂。因此确定称样量 1.0 克时提取剂为 100 毫升。

(3) 不同称样量的不同提取时间试验

提取剂量为 100 毫升的情况下，不同称样量、不同提取时间可溶性腐植酸含量见表 4

表 4 不同提取时间下可溶性腐植酸含量 (%)

样品 编号	称样量 0.5g				称样量 1.0g				称样量 1.5g			
	30 分钟		60 分钟		30 分钟		60 分钟		30 分钟		60 分钟	
	平均 值	相对 相差	平均 值	相对 相差	平均 值	相对 相差	平均 值	相对 相差	平均 值	相对 相差	平均 值	相对 相差
C174	61.00	4.56	60.28	0.91	62.32	0.30	62.38	0.99	61.95	1.37	62.44	0.16
W091	39.93	0.65	38.17	6.92	39.90	2.13	39.86	4.09	41.59	3.20	42.73	2.88
W092	35.89	6.27	35.27	1.96	37.50	0.13	38.43	0.13	36.88	4.15	37.11	3.80
W093	33.78	1.95	32.31	7.55	37.83	3.78	36.44	1.37	36.52	3.94	33.40	4.40
W095	41.07	0.46	40.58	3.40	40.94	3.20	40.94	3.27	/	/	/	/
W096	44.89	5.37	47.66	5.43	48.25	2.82	48.22	1.74	47.57	5.17	48.51	0.85
W097	58.85	1.04	57.54	0.26	58.10	4.32	58.95	0.44	57.23	1.73	56.66	1.15
W099	60.55	1.80	59.40	1.40	59.00	0.46	60.79	0.76	/	/	/	/
W101	48.33	0.50	49.25	0.32	50.10	0.46	50.53	3.86	49.04	1.16	50.81	0.85
W102	31.99	0.53	31.27	2.97	32.95	1.00	34.04	0.97	34.58	3.21	33.63	2.74
W103	31.27	0.22	29.94	3.57	31.07	0.32	30.34	2.11	/	/	/	/
W104	45.22	3.63	43.85	2.46	48.93	1.47	48.80	0.57	/	/	/	/
W105	48.94	5.60	46.96	4.03	50.57	1.11	50.48	1.11	/	/	/	/
W106	29.33	10.57	27.89	2.01	31.09	4.89	30.59	4.32	/	/	/	/
W107	37.15	1.40	35.82	0.75	39.66	0.93	38.83	0.23	37.49	5.60	39.11	3.40
W108	41.34	3.85	42.43	6.91	45.10	2.28	44.88	4.19	45.05	2.44	44.35	1.92
C179	46.11	1.04	45.38	1.98	50.78	2.32	49.00	1.65	47.57	0.69	50.25	0.90
W154	50.30	4.57	51.06	1.16	51.42	3.48	49.65	2.74	52.13	2.15	52.04	0.60
W155	44.59	3.27	44.07	6.35	44.69	0.43	44.55	4.42	47.83	0.52	46.95	1.70
平 均 值 A	43.71	3.01	43.11	3.18	45.27	1.89	45.14	2.05	/	/	/	/
平 均 值 B	/	/	/	/	45.06	1.88	45.83	2.06	45.80	2.72	46.00	1.95

从表 4 可以看出在提取剂量固定情况下，称样量为 0.5 克、1.0 克、1.5 克，其提取时间不论是 30 分钟还是 60 分钟，对可溶性腐植酸含量均没有明显影响，为了节约时间提高工作效率, 确定提取时间为 30 分钟。

3.1.2 灰分校正对可溶性腐植酸含量检测结果的影响

19 个样品的可溶性腐植酸含量做了灰分校正及不进行灰分校正对比试验，具体数据

见表 5

表 5 灰分校正对样品可溶性腐植酸含量 (%) 的影响

样品编号	进行灰分校正可溶性腐植酸 含量平均值 (%)	不进行灰分校正可溶性腐 植酸含量平均值 (%)	绝对差值
C174	62.32	64.64	2.32
W091	39.90	45.91	6.01
W092	37.50	42.45	4.96
W093	37.83	41.07	3.24
W095	40.94	44.96	4.02
W096	48.25	50.05	1.80
W097	58.10	60.04	1.94
W099	59.00	62.99	4.00
W101	50.10	51.80	1.70
W102	32.95	43.27	10.32
W103	31.07	40.51	9.44
W104	48.93	52.78	3.85
W105	50.57	54.15	3.58
W106	31.09	33.42	2.33
W107	39.66	45.71	6.05
W108	45.10	52.16	7.07
C179	50.78	53.18	2.40
W154	51.42	56.28	4.87
W155	44.69	47.01	2.33
平均值	45.27	49.60	4.33

从表 5 可以看出：19 个样的可溶性腐植酸含量进行灰分校正平均值为 45.27%，不进行灰分校正平均值为 49.60%；可溶性腐植酸含量进行灰分校正与不进行灰分校正绝对差值最大相差 10.32%，最小相差 1.70%，因此分析可溶性腐植酸含量应进行灰分含量校正，提高可溶性腐植酸含量分析精度。

3.1.3 提取液酸化沉淀的洗涤标准

样品经过抽提过滤，将滤液酸化沉淀至 PH=1.0，过滤后用水进行洗涤沉淀，在洗涤过程中，滤液的 PH 值始终在变化中，将洗涤标准定为洗涤至 PH 不变很难达到。当洗涤至 PH 为中性时会出现严重的胶溶现象，造成平行数据不稳定。洗涤至 PH 为中性和 100ml 水洗涤沉淀的对比试验结果如表 6。

表 6 酸化沉淀进行不同洗涤方法的可溶性腐植酸含量 (%)

样品 编号	洗涤至 PH 为中性		平均值	相对相差	100ml 水洗涤沉淀		平均值	相对相差
W091	40.06	39.80	39.93	0.65	39.66	39.91	39.79	0.63
W092	38.01	34.76	36.39	8.93	36.26	34.41	35.34	5.23
W096	46.09	42.68	44.39	7.68	47.16	45.16	46.16	4.33

W108	38.82	42.13	40.48	8.18	44.16	43.68	43.92	1.09
平均值	40.75	39.84	40.30	6.36	41.81	40.79	41.30	2.82

根据表 6 的数据可以看出，洗涤至 PH 为中性时，两平行数据的相对相差值较大，且平均相对相差值也较高为 6.36%，而 100 毫升水洗涤沉淀的平均相对相差值为 2.82%，表明 100ml 水洗涤沉淀的分析结果较稳定、重现性较好、分析误差较小，因此确定用 100 毫升水洗涤酸化沉淀。

3.1.4 酸沉淀烘箱干燥和真空干燥对比试验

在酸化沉淀过滤时，因为腐植酸吸水性较强，产生较多的含水量大的过滤物，当使用真空干燥法，样品量多时，要经过 10 个小时的干燥并经过 2-3 次的检查性干燥后才能恒重，整个干燥时间在 12-13 个小时。使用烘箱干燥法，在 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 下干燥 4 个小时，在经过 1-2 次检查性干燥后就可恒重，整个干燥时间在 5-6 个小时。两种干燥方法的对比数据如表 7。

表 7 不同干燥方法样品可溶性腐植酸含量 (%)

样品 编号	真空干燥法		平均值	相对 相差	烘箱干燥法		平均值	相对 相差
C174	63.68	63.38	63.53	0.47	62.41	62.22	62.32	0.30
W092	38.20	37.56	37.88	1.69	37.52	37.47	37.50	0.13
W108	44.90	47.83	46.37	6.32	44.58	45.61	45.10	2.28
C179	48.53	49.07	48.80	1.11	51.37	50.19	50.78	2.32
平均值	48.83	49.46	49.15	2.40	48.97	48.87	48.93	1.26

从表 7 分析结果可知，烘箱干燥法可溶性腐植酸平均含量为 48.93%，相对相差平均为 1.26，真空干燥法可溶性腐植酸平均含量为 49.15，相对相差平均为 2.40%，分析误差高于烘箱干燥法，并且从工作效率方法考虑，确定干燥方法定为烘箱干燥法。

3.1.5 农业用腐植酸钾可溶性腐植酸含量分析结果允许误差

根据表 2 中 1.0 克样 19 个样品可溶性腐植酸平行测定的结果相对相差最小值为 0.13%，相对相差最大值为 4.89%，确定农业用腐植酸钾可溶性腐植酸含量平行测定结果相对相差值 $\leq 5\%$

3.2 农业用腐植酸钾的氧化钾含量测定试验

3.2.1 不同提取剂氧化钾测定结果

氧化钾的测定采用四苯硼钾重量法，样品的前处理采用 1:12 盐酸溶液沸水浴抽提，试液处理、沉淀及过滤、干燥等方法采用国标 GB/T 17767.3-2010《有机-无机复混肥料

的测定方法 第三部分：总钾的测定》中的方法，并与国标 GB/T 17767.3-2010《有机-无机复混肥料的测定方法 第三部分：总钾的测定》测定结果进行了对比。

表 8 不同样品氧化钾含量及平行分析绝对差值数据表 (%)

样品编号	1:12 盐酸溶液 抽提		绝对差 值	硝酸-高氯酸 消煮		绝对差 值	硫酸-双氧水 消煮		绝对差 值
W154	7.84	7.81	0.03	7.81	7.78	0.03	8.47	8.19	0.28
W155	9.59	9.61	0.02	10.25	9.49	0.76	10.26	10.49	0.23
C179	12.40	12.29	0.11	10.44	9.63	0.81	11.16	12.02	0.86
W108	7.07	7.01	0.06	7.41	7.32	0.09	7.88	7.61	0.27
W093	6.55	6.62	0.07	6.79	6.62	0.17	7.15	7.10	0.05
C174	13.19	13.15	0.04	12.95	10.92	2.03	13.75	13.40	0.35
W091	15.98	15.89	0.09	15.29	16.18	0.89	15.17	14.34	0.83
W092	8.25	8.13	0.12	8.25	7.91	0.34	7.85	8.42	0.57
W107	7.80	7.69	0.11	7.85	8.46	0.61	8.66	7.91	0.75
W101	8.37	8.37	0.00	7.70	8.40	0.70	8.45	8.03	0.42
W102	7.47	7.32	0.15	7.73	8.11	0.38	7.55	8.65	1.10
W105	7.22	7.35	0.13	7.68	7.50	0.18	7.92	7.59	0.33
平均值 A	9.31	9.27	0.08	9.18	9.03	0.58	9.52	9.48	0.50
平均值 B	9.29		/	9.11		/	9.50		/

从表 8 分析结果看，1:12 盐酸溶液处理氧化钾平均含量为 9.29%，比硝酸-高氯酸法氧化钾的平均值 9.11%高 0.18%，比硫酸-双氧水法低 0.2%，三种方法分析的氧化钾含量结果接近，但是 1:12 眼神提取氧化钾平行测定绝对差值为 0.00%-0.15%，平均值为 0.08%；硝酸-高氯酸法的平行测定绝对差值为 0.03%-2.03%，平均值为 0.58%；硫酸-双氧水法平行测定的绝对差值为 0.05%-1.10%，平均值为 0.50%。从平行测定结果看，1:12 盐酸法测定结果重现性好，分析误差小，因此确定农业用腐钾的氧化钾含量采用 1:12 盐酸溶液沸水抽提法。

3.2.2 农业用腐植酸钾中氧化钾检测允许误差

从 1:12 盐酸溶液抽提法分析 12 个样品，平行检测的最大绝对差值为 0.15%，平均绝对差值为 0.08%。因此同一实验室平行测定允许绝对差值 $\leq 0.2\%$

3.3、农业用腐植酸钾中钠含量测定试验

3.3.1 火焰光度法测定钠含量

(1) 方法原理

待测液在火焰高温激发下，辐射出钠元素的特征光谱，其强度与溶液中钠的浓度成正比，根据标准溶液的读数和浓度计算出待测液的浓度。

(2) 试剂

a、盐酸溶液：体积比 1:12；

b、钠标准溶液：500mg/mL，称取在 500℃灼烧 30min 的高纯氯化钠（99.99%）1.2710g 于烧杯中，加水溶解后移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，贮存于塑料瓶中。

(3) 仪器设备

a、火焰光度计；

b、恒温水浴锅。

(4) 分析步骤

a、试样溶液的制备：准确称取 2g（称准到 0.0002g）粒度小于 0.2mm 的空气干燥样品入 250mL 烧杯中，加入盐酸溶液（2.1）150mL，盖上表面皿，放入水浴锅内，在 100℃ 下抽提 30min，冷去至室温，移入 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去最初 50mL 滤液。

b、空白溶液的制备：除不加试样外，其余同上。

c、标准系列溶液的配制：取 6 个 100mL 容量瓶，分别加入钠标准溶液（2.2）0、1、2、3、4、5mL，加入与吸取试样溶液等体积的空白溶液（4.2），用水稀释到刻度，摇匀，此系列溶液为 1mL 含钠 0μg、5μg、10μg、15μg、20μg、25μg 的标准溶液。在火焰光度计上，以空白溶液调节仪器零点，以标准溶液中最高浓度的溶液调节满刻度值 100 分度处。再依次由低浓度至高浓度测量其他标准溶液，记录仪器读数。钠标准溶液系列的浓度可视仪器灵敏度做适当调整。

d、测定：吸取一定量的试样溶液（约含钠 0.5–2.5mg）于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，与钠标准溶液系列同条件地在火焰光度计上测定，记录仪器读数 D，检查试样溶液对应的读数在哪二个标准溶液对应的读数之间，马上测定比试样读数低一点的标液 C_L 和比试样读数高一点的标液 C_H ，记录它们的读数 D_L 、 D_H ，按照公式（1）计算试样溶液浓度 C。

$$C = \frac{D - D_L}{D_H - D_L} (C_H - C_L) + C_L \quad (1)$$

e、分析结果的表述

钠含量 w ，以质量百分数（%）表示，按公式（2）计算

$$w = \frac{C \times 250 \times 100}{m \times b} \times 10^{-6} \times 100 \quad (2)$$

C ——由公式（1）计算得到的试样溶液中钠质量浓度，单位为 $\mu\text{g/mL}$ ；

b ——分取试样体积，单位为 mL ；

250——定容体积，单位为 mL ；

100——定容体积，单位为 mL ；

M ——试样质量，单位为 g ；

10^{-6} ——由 μg 换算为 g 的因数。

3.3.2 采用国标 GB/T1574-2007《煤灰成分分析方法》中原子吸收法与火焰光度法测定样品钠含量对比数据及平行测定绝对差值

对 17 个样品中钠含量进行了两种方法的对比测定，试验数据及平行测定绝对差值见表 9

表 9 不同检测方法样品中钠含量及平行测定绝对差值（%）						
样品编号	火焰光度计法		绝对差值	国标原子吸收法		绝对差值
C174	1.27	1.23	0.04	1.45	1.45	0.00
W091	0.44	0.42	0.04	0.52	0.45	0.04
W092	4.69	4.53	0.16	5.22	5.04	0.18
W093	5.57	5.45	0.12	5.63	5.52	0.11
W097	3.12	3.12	0.00	3.11	2.95	0.16
W099	0.50	0.49	0.01	0.58	0.52	0.06
W101	4.01	3.92	0.09	4.02	3.92	0.10
W102	1.24	1.21	0.03	1.24	1.29	0.05
W103	1.97	1.78	0.19	1.96	2.04	0.08
W104	1.19	1.33	0.14	1.16	1.16	0.00
W105	5.94	5.89	0.05	5.96	5.62	0.34
W106	4.96	4.92	0.04	5.03	4.91	0.12
W107	1.93	1.90	0.03	1.64	1.74	0.10
W108	6.39	6.52	0.13	5.73	5.71	0.02
C179	0.79	0.79	0.00	0.82	0.87	0.05
W154	2.42	2.40	0.02	2.40	2.60	0.20
W155	2.41	2.38	0.03	2.13	2.49	0.36
平均值 A	2.87	2.84	0.07	2.86	2.84	0.12
平均值 B	2.86		/	2.85		/

根据表 9 的数据可以看出，两种检测方法对样品中钠的检测结果差别不大，平行测定绝对差值火焰光度计法较小，因此将火焰光度法做为样品中钠的检测方法。

3.3.3 钠含量测定误差允许范围

根据火焰光度法对 17 个腐植酸钾样品中钠含量平行测定的绝对差值最大值为 0.19%，因此确定同一实验室平行测定允许绝对差值 $\leq 0.2\%$ 。

4. 采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

目前尚未发现有国际及国外的农业用腐植酸钾标准。

5. 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准的制定遵循了与其相关的国家标准或行业标准的规定，与现行的法律、法规及其他国家标准没有矛盾。

6. 重大分歧意见的处理经过和依据

确定可溶性腐植酸含量测定方法的处理：

农业用腐植酸钾由于原料来源及加工工艺不同，因此其产品的理化性质差异很大，使产品中最主要的指标可溶性腐植酸含量的测定存在较大的分歧。在可溶性腐植酸测定方法中，目前主要存在 3 种常用的方法：差值容量法、残渣法、酸沉淀重量法。

差值容量法主要的优点在于检测效率高，但缺点在于结果计算中对于不同原料类型的产品碳系数取值存在很大的争议。

残渣法的主要优点在于不存在碳系数取值问题，但缺点在于无法对矿物源腐植酸产品的真伪做出判定。

酸沉淀重量法的主要优点在于不存在碳系数取值问题，对矿物源腐植酸产品具有很好的辨别力，同时可以为检测黄腐酸含量做出铺垫，但缺点在于检测时间较长，效率低。

综合分析上述几种方法的优缺点，以有利于指导企业生产农业用腐植酸钾、利于腐植酸资源合理开发利用和利于与国际及发达国家检测方法接轨为原则，以适应我国农业用腐植酸钾的产品质量检测为基准，确保标准的统一性、科学性、系统性、实用性。同时为了今后进一步制定黄腐酸检测方法，标准工作组经过讨论确定采用酸沉淀重量法来进行可溶性腐植酸含量的测定。

7．国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议

建议将本标准作为推荐性国家标准颁布实施。

8．贯彻国家标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法等内容）

- （1）为了更好地实施本国家标准，建议开展本国家标准技术的培训工作。
- （2）在具有代表型地区安排腐植酸钾生产企业开展贯彻国家标准试点推广工作。

9．废止现行有关标准的建议

建议废止腐植酸含量中包括黄腐酸的检测方法的标准。

10．其他应予说明的事项

无。
