
化工行业标准

《腐植酸复合（掺混）肥料》

编制说明

标准编制组
二〇一五年四月

目 录

1	工作简况.....	2
1.1	任务来源.....	2
1.2	协作单位.....	错误!未定义书签。
1.3	主要起草人及主要工作	2
2	标准制定的必要性和意义	2
2.1	标准制定的必要性	错误!未定义书签。
2.2	标准制定的意义	错误!未定义书签。
3	标准编制原则	3
4	标准条文说明	3
4.1	标准名称.....	3
4.2	标准适用范围	错误!未定义书签。
4.3	规范性引用文件	错误!未定义书签。
4.4	术语和定义.....	4
4.5	产品分类.....	4
4.6	主要质量指标的选择、限值的确定和制定依据	6
4.6.1	外观.....	6
4.6.2	水分.....	6
4.6.3	总养分.....	7
4.6.4	活性腐植酸.....	9
4.6.5	总腐植酸.....	错误!未定义书签。
4.6.6	粒度.....	错误!未定义书签。
4.6.7		错误!未定义书签。
5	文献检索情况	11

6	其他标准检索到的关系	12
7	与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系	12
8	重大分歧意见的处理经过和依据	12
9	标准属性	12
10	贯彻国家标准的要求和措施建议	12
11	废止现行有关标准的建议	13
12	其他应予说明的事项	13

（一）工作简况（包括包括任务来源、主要工作过程、主要参加单位和工作组成员及其所做的工作等）

1.1 任务来源

根据 [2014] 号《关于下达 2014 年化工行业标准制修订项目计划的通知》附件“2014 年化工行业标准制修订项目计划”第 项的安排，为《含腐植酸复合（复混肥料）化工行业标准制订的负责单位，项目编号 ，任务完成时间为 2015 年。

1.2 主要工作过程

2014 年，由全国土壤及调理剂标准化技术委员会组织成立标准制定工作组。工作过程主要工作内容如下：

2014.1～2014.2，资料调研与收集（包括国家及行业有关政策法规、含腐植酸复合（复混）肥料产业现状调研及现有国家标准、行业标准等）；

2014.3～2014.4，收集样品，进行初步分析，形成《含腐植酸复合（复混）肥料》草案（第一稿）；

2014.5，工作组第一次会议，确定标准编制思路与框架；

2014.6～2014.12 根据样品分析结果汇总，形成《含腐植酸复合（复混）肥料》草案（第二稿）征求意见初稿；

2015.3 在泰安召开专家研讨会；

2014.4～形成《含腐植酸复合（复混）肥料》征求意见稿，编制标准编制说明。

1.3 主要参加单位和工作组成员及其所做工作

主要参加单位有山东农大肥业公司、北京奥佳肥业公司、上海化工研究院、中国科学院山西煤炭化学研究所等单位，由全国土壤及调理剂标准化技术委员会组织成立标准制定工作组。

山东农大肥业公司、北京奥佳肥业公司负责样品收集、整理、试验方法分析验证试验工作，上海化工研究院负责标准整体框架构建及协同试验，中国科学院山西煤炭化学研究所负责标准技术方案制定、样品分析、试验方法研制及实验、标准草案及编制说明编写等工作。

（二）标准编制原则和主要内容（如技术指标、参数、公式、性能要求、试验方法、检验规则等）的论据，解决的主要问题

本标准《腐植酸复合（复混）肥料》行业标准的制定，一方面顺应了我国肥料行业发展的要求，有利于促进技术进步，提高产品质量，为产品的质量控制提供可靠的操作依据；另一方面有利于合理利用资源，提高经济效益，规范企业对产品质量的行为，提供政府管理部门对产品质量度量标准，提供仲裁机构对企业、市场运营商、消费群体之间的协调，有利于规范市场公平交易。因此该标准项目的研制对我国腐植酸及复合肥标准体系的完善、对我国腐植酸行业的健康和可持续发展、对绿色农业生态文明建设具有重大意义。

2.1 标准编制原则

标准制定的依据主要为：

- （1）依据相关的政策法规；
- （2）与已颁布实施的相关国家标准相协调；
- （3）充分考虑腐植酸行业生产的实际情况以及用户的使用要求；
- （4）按照GB/T 1.1-2009 要求编写标准内容
- （5）符合产品标准编写要求；
- （6）腐植酸原料及产品测定方法（中国科学院山西煤炭化学研究所编写）。

2.2 标准主要内容编制依据

2.2.1 标准名称

按照国家总局下达的本标准制定计划的名称为《含腐植酸复合（复混）肥料》，英文全称为Humic Acid-inorganic Composed（Compound） Fertilizer，考虑到目前腐植酸肥料生产除腐植酸复混肥外，还有腐植酸掺混肥的生产及应用。为规范管理，将名称改为腐植酸复合（掺混）肥料，与之对应的英文全称为Humic Acid-inorganic Compound（Blending） Fertilizer。

2.2.2 术语和定义

本标准术语为对应标准范围、明确标准产品构成，确定了腐植酸、腐植酸复合肥、腐植酸掺混肥、活性腐植酸、总腐植酸 5 项术语。其中活性腐植酸为首次提出，目的在于规范腐植酸用于复合肥制备的必要条件，即活化后腐植酸与无机肥料复合制备，同时便于试验方法的确定。与其他标准相比，本标准中腐植酸的定义界定了芳香族化合物为主体，富含羧基、酚羟基、甲氧基等含氧官能团，这一表述与煤炭腐植酸及土壤腐植酸的组成结构相一致。其余术语和定义参考其他相关标准并结合本标准要求确定。

有关腐植酸标准中的术语和定义描述，见表 1。

表 1 有关腐植酸标准中的术语和定义对比表

标准号	标准名称	术语和定义
GB/T 11957-2004	煤中腐植酸产率的测定	3 定义 本标准使用如下的定义。 3.1 腐植酸 humic acids 作为游离酸和金属盐(腐植酸盐)而存在于煤中的一组高分子量的复杂有机、无定形化合物基团。 3.2 总腐植酸 total humic acids 用焦磷酸钠碱液抽提出的腐植酸。 3.3 游离腐植酸 free humic acids 用氢氧化钠溶液抽提出的腐植酸。 即酸性基团保持游离状态的腐植酸。实际测定中还包括与钾、钠结合的腐植酸。
HG/T 3276-2011	农用腐植酸钠	3.1 腐植酸 humic acid 动植物残体，主要是植物的残体，经过微生物的分解和转化，以及地球物理化学的一系列作用累积起来的，或利用非矿物源生物质原料经一定工艺人工合成的一类由芳香族、脂肪族及其多种功能团组成的无定形的高分子有机弱酸混合物。 注：腐植酸的主要元素组成为碳、氢、氧、氮、硫和磷，以游离酸及其金属盐(腐植酸盐)形态存在于低价煤、泥炭和经腐殖化的生物质加工原料中，是一组分子量相对较大，组成十分复杂，含有酚羟基、羧基、醇羟基、烯醇基、磺酸基、氨基、醇类的酯基、半酯基、醚氧基、甲氧基等多种官能团，具有螯合、络合、吸附、氧化还原、缓冲缓冲、胶结等多种功能的有机缩合酸无定形混合物。 3.2 有机矿物源腐植酸 humic acid from organic minerals 由天然腐植酸矿物质原料风化煤、褐煤、泥炭等加工提取的腐植酸，简称煤炭腐植酸或泥炭腐植酸。
HG/T 3276-2012	腐植酸铵肥料分析方法	下列术语和定义适用于本文件。 3.1 腐植酸类物质 humic substances 由动植物残体，主要是植物的残体，经过微生物的分解和转化以及地球物理的化学的一系列作用累积起来的，或利用非矿物源生物质原料经人工工艺转化的一类由芳香族、脂肪族及多种官能团组成的有机弱酸混合物。 3.2 腐植酸 humic acid 腐植酸类物质中只能溶于稀碱溶液，不能溶于酸和水的一组物质，分子量较大，呈黑色或棕黑色。 3.3 黄腐酸 fulvic acid 腐植酸类物质中既能溶于稀碱溶液，又能溶于酸和水的一组物质，分子量较小，呈黄色或棕黄色。 3.4 腐植酸类肥料 humic acid fertilizers 以腐植酸类物质为基础原料生产的，含有一定标明量的作物营养成分的肥料，称为腐植酸类肥料。

NY 1106- 2010	含腐植酸 水溶肥	由动植物残体经过微生物分解、转化以及地球化学作用等系列过程形成的,从泥炭、褐煤或风化煤提取而得的,含苯核、羧基和酚羟基等无定形高分子化合物的混合物。
	腐植酸类 肥料 分 类	3.1 腐植酸类肥料 humic fertilizers 以提取的或经活化处理的腐植酸、腐植酸盐为基础原料;或以黄腐酸、黄腐酸盐为基础原料制成含有一定养分标明量的的肥料,统称为腐植酸类肥料。腐植酸类肥料包括有机矿物源腐植酸、黄腐酸肥料和非矿物源生物腐植酸、黄腐酸肥料。 3.2 有机矿物源腐植酸肥料 humic fertilizer from organic minerals 从风化煤、褐煤、泥炭等有机矿物源腐植酸原料用化学碱剂提取或经活化处理的腐植酸、腐植酸盐作为肥料主要原料,并含有一定养分标明量的肥料,称为有机矿物源腐植酸肥料,简称矿物源腐植酸肥料或腐植酸肥料。 3.3 有机矿物源黄腐酸肥料 fulvic fertilizer from organic mineral source 以风化煤、褐煤、泥炭等有机矿物源腐植酸原料 用化学碱剂、化学氧化剂等提取或降解的黄腐酸、黄腐酸盐作为肥料主要原料,并含有一定养分标明量的肥料,称为有机矿物源黄腐酸肥料,简称矿物源黄腐酸肥料或黄腐酸肥料。

本标准术语和定义确定为:

腐植酸 humic acid

腐植酸是动、植物残体经微生物分解和转化,以及经地球物理、化学的一系列相互作用形成的一类富含羧基、酚羟基、甲氧基等含氧官能团的芳香族无定形高分子化合物的混合物。

腐植酸复合肥料 humic acid-inorganic compound fertilizer

以风化煤、褐煤、泥炭为腐植酸原料经活化与无机肥料反应制得的腐植酸复合肥料。

腐植酸掺混肥料 humic acid blending fertilizer

氮磷钾三种养分中,至少有两种养分表面由腐植酸涂覆包裹于单质肥表面,并经干混方法制成的颗粒状肥料,也称腐植酸BB肥。

总腐植酸 total humic acid

用焦磷酸钠溶液可直接抽提得到的腐植酸,本方法中需扣除尿素和氯离子所消耗重铬酸钾。

活性腐植酸 activited humic acid

用中性溶剂抽提得到的可溶物,经重铬酸钾氧化后测定有机碳含量,同时消除尿素和氯离子影响,由此测得的有机碳折算得到腐植酸,用于表征样品中腐植酸活化的程度。本标准中以0.2 mol/L磷酸二氢钾-氢氧化钠的混合溶液(pH 6~7)为抽提剂。

2.3 主要质量指标的选择、限值的确定和制定依据

腐植酸复合（掺混）肥料的技术要求应符合表 2 的规定。

表 2 产品技术要求

项 目	指标
总养分（N+P ₂ O ₅ +K ₂ O）质量分数 ^a /%	≥ 25.0
水分(H ₂ O)质量分数 ^b /%	≤ 5.0
粒度（1.00mm~4.75mm 或 3.35mm~5.60mm） ^c /%	≥ 80.0
活性腐植酸含量（以质量分数计）/%	≥ 1.2
总腐植酸含量（以质量分数计）/%	≥ 3.0
酸碱度（pH 值）	5.5~8.0
^a 标明量的单一养分含量不得低于 4.0%，且单一养分测定值与标明值负偏差的绝对值不得大于 1.5%。 ^b 水分以出厂检验数据为准。 ^c 指出厂检验数据，当用户对粒度有特殊要求时，可由供需双方协议确定。 ^d 腐植酸掺混肥料加以标注	

腐植酸复合（掺混）肥料中重金属含量指标应符合 GB/T 23349 的要求，氯离子含量执行 GB15063 的要求。

2.3.1 外观

根据所用原料不同，产品呈黑褐色、褐色。

其中泥炭腐植酸为褐色，褐煤腐植酸、风化煤腐植酸钾为黑褐色。根据加工工艺不同，又分为复合肥和掺混肥。

2.3.2 总养分

参照GB18877有机-无机复混肥料产品技术要求，取Ⅱ型产品总养分指标≥25%，同时符合GB15063-2009复混肥料（复合肥料）低浓度总养分指标≥25%的要求，因此本标准确定总养分（N+P₂O₅+K₂O）质量分数≥25%。

2.3.3 水分

参照GB15063-2009复混肥料（复合肥料）低浓度水分≤5%，确定本标准产

品水分 $\leq 5\%$ 。

由于腐植酸可溶于卡尔-费休试剂，因此含腐植酸产品的水分检测均不能使用卡尔-费休法，同时本产品包含尿素等易挥发物质，亦不可采用直接烘箱测定。因此本标准水分的分析方法采用真空烘箱法，等效采用 GB/T 8576 复混肥料中游离水含量测定 真空烘箱法。

从目前收集的 45 个样品分析结果来看，总养分含量大部分在 40%以上，样品的水分含量均小于 4%。

2.3.4 粒度

GB18877有机-无机复混肥料中，产品粒度（1.00mm~4.75mm或3.35mm~5.60mm） $\geq 70\%$ ；GB15063-2009复混肥料（复合肥料）低浓度粒度 $\geq 80\%$ 。

本标准规定产品粒度（1.00mm~4.75mm或3.35mm~5.60mm） $\geq 80\%$ 。

2.3.5 活性腐植酸含量

本项指标是为表征产品中腐植酸的活化程度，采用中性溶液抽提后，经酸氧化测定有机碳，校正尿素和氯离子消耗重铬酸钾后，经碳系数计算活性腐植酸含量。

本方法检测准确性的影响因素包含抽提剂种类、抽提时间、抽提温度、尿素校正系数、氯离子校正系数、碳系数等几项，其中抽提剂遴选、尿素及氯离子校正系数、碳系数影响较大，对于以上几项分别进行了实验和论证，根据试验结果确定试验方法和计算公式。

腐植酸的检测一般分为重量法和容量法。重量法又分为残渣法、溶剂抽提-酸沉淀两种方法。残渣法需要检测不溶物和不溶物灼烧残渣，同时扣除水分、灰分，需要4项测定叠加计算方可得到，因此也带来误差的叠加；酸沉淀法需要将溶解液进行酸沉淀，去除可溶于酸的低分子酸及黄腐酸，需检测酸沉淀物重量和酸沉淀物灼烧残渣，测定时间长，累积误差大，因此本标准不采用重量法。

容量法也分为直接氧化法、差值容量法和酸沉淀-碱溶解-氧化三种方法。直接氧化法必须对尿素和氯离子消耗重铬酸钾加以校正，以避免有机碳测定偏差，需要试验确定校正系数。差值容量法采用硫酸铝絮凝腐植酸，需要测定絮凝前后溶液中的有机碳，省去了尿素和氯离子校正步骤，但存在絮凝完全与否、二次氧化、测定周期长等问题。酸沉淀-碱溶解-氧化法相比而言，较为简洁，直接氧化酸沉淀的腐植酸，但也损失了黄腐酸。NY 1106《含腐植酸水溶肥》即采用此法。但黄腐酸做为腐植酸中最有效的成分无法检测出，对于产品生产和应用推广极为不利。

综上所述，采用直接氧化-校正尿素和氯离子方法对于本标准是适宜的，该方法同样适宜于本标准中总腐植酸的测定。

活性腐植酸的检测中抽提剂的遴选成为关键，本实验选用了6种抽提剂进行试验，以筛

选出能区别原料腐植酸、部分反应腐植酸和水溶性腐植酸的抽提试剂。

2.3.5.1 抽提剂遴选

选用pH为6-7的中性溶液（性质见表3）对腐植酸原料、腐植酸尿素反应物、腐植酸铵、硝基腐植酸、腐植酸钾分别进行容量法氧化检测有机碳含量，同时校正尿素影响，经碳系数折算腐植酸含量，检测结果见表4。

表3 抽提剂性质

序号	抽提液	pH值
A	0.2mol/L Na_2HPO_4 - NaH_2PO_4	6.8
B	0.1mol/L $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ - $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$	6.6
C	0.2mol/L KH_2PO_4 - NaOH -1	6.8
D	0.2mol/L KH_2PO_4 - NaOH -2	7.8
E	0.2mol/L KH_2PO_4	6.0
F	0.1mol/L $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$	

表4 活性腐植酸抽提剂遴选试验分析结果

样品	水抽提 HA%	1%NaOH HA%	A 液 HA%	E 液 HA%	F 液 HA%
抽提液 pH 值	6.68	14.90	6.80	6.00	7.80
黑龙江泥炭	0.28	42.71	22.62	0.46	14.18
内蒙褐煤	1.02	19.04	18.98	4.65	15.86
内蒙风化煤	20.92	42.78	-	1.87	-
风化煤腐脲	1.02	19.04	18.98	10.05	
风化煤腐铵	0.87	62.51		43.74	

表5 活性腐植酸抽提剂遴选试验分析结果

样品	水抽提 HA%	1%NaOH HA%	B 液	C 液	D 液
抽提液 pH 值	6.68	14.90	6.80	6.80	7.80
内蒙风化煤	0.28	42.71	22.62	3.40	14.18
乌海腐脲	1.02	19.04	18.98	9.54	15.86
乌海腐铵	20.92	42.78	-	29.27	-
宝清褐煤	1.05	55.03	-	10.05	-
BQ 褐煤 NHA1	0.87	62.51	-	43.74	-
BQ 褐煤 NHA2	0.24	64.77	-	33.90	-
BQ 褐煤 HAK	63.68	-	-	63.68	-

通过以上试验，确定C液为活性腐植酸抽提液。

2.3.5.2 尿素、氯离子校正

1采用KCl、尿素为试验样本，经水、碱及C液抽提，计算尿素及氯离子氧化率，由此确定校正因子。分析结果分别见表6、表7。

表 6 重铬酸钾对尿素的氧化率试验

序号	尿素称样量 g	尿素碳可氧化率% (水)	尿素碳可氧化率% (1%NaOH)	尿素碳可氧化率% (C 液)
1	0.2	1.47	1.48	2.98
2	0.2	0.69	1.49	2.34
3	0.2	1.47	4.33	2.67
4	0.5	—	—	1.79
平均		—	—	2.445

将尿素碳转化为尿素氮，计算 $2.445\% \times 20/46.6 = 1.05\%$

表 7 重铬酸钾对氯离子的氧化率试验

序号	尿素称样量 g	氯离子可氧化率% (水)	氯离子可氧化率% (1%NaOH)	氯离子可氧化率% (C 液)
1	0.2	81.92	80.73	81.02
2	0.2	82.42	80.73	81.02
3	0.2	93.59	89.36	92.24
4	0.5	—	—	91.81
平均		—	—	86.52

氯离子可氧化率为 86.52%，根据氧化反应方程，6mol 氯离子与 1mol 碳相当，与 1%氯离子相当的碳质量分数为 1/12，因此样品中氧化的氯相当于碳的百分数=86.52%Cl/12。

2.3.5.3 活性腐植酸计算公式

根据上述实验，活性腐植酸检测计算公式如下：

$$HA_{ad} = \left[\frac{0.003c(V_0 - V_1) \times \frac{a}{b}}{m \times 1000} - \left(0.0105x_1 + \frac{0.8652x_2}{12} \right) \right] \times \frac{1}{R} \times 100$$

其中第一部分为直接测得的有机碳含量，可视为表观有机碳；第二部分为尿素碳校正项；第三部分为氯离子校正项。

其中 R 为碳系数，考虑到市场检测时无法明晰获知原料是风化煤、褐煤还是泥炭，因此根据本标准适用范围，参照 NY/T1971-2010《水溶肥料 腐植酸含量的测定》采用有机质概念，确定碳系数为 0.58，用中性溶剂抽提得到的有机物表征为腐植酸，以便于规范和统一管理。

2.3.6 总腐植酸含量

同 4.6.3 活性腐植酸含量的测定方法，只是用焦磷酸钠-碱溶液代替中性抽提剂，同时进行试验确定尿素、氯离子校正项。

（三）主要试验（验证）情况分析

本标准中，难点是活性腐植酸检测方法的确定及提出的技术指标限值是否合理，因此试验重点是用现有产品验证该方法。

共收集生产样品约 40 个，进行验证试验，部分分析结果见表 8。

表 8 腐植酸复合肥产品活性腐植酸含量测定结果

序号	样品名称	水溶 HA% (表观)	活性 HA% (表观)	尿素校正 HA%	氯离子校正 HA%	活性 HA%
1	15-22-8/45	1.85	3.26	0.25		
2	18-12-15/45	3.71	4.65	0.30		
3	16-20-20	0.92	1.85	0.26		
4	16-6-23	1.16	3.19	0.26		
5	18-18-18	2.77	3.24	0.30		
6	16-12-20	2.33	3.20	0.26		
7	10-22-5	0	0.92	0.16		
8	12-8-10	2.10	3.64	0.20		
9	18-18-18	3.49	3.26	0.30		
10	18-18-18	2.56	3.23	0.30		
11	16-12-20	0	0.46	0.26		
12	22-11-10	0.23	1.82	0.36		1.46

13	15-8-17S	1.91	1.39	0.25		1.14
14	15-9-20S	0.48	1.87	0.25		1.62
15	18-15-12Cl	1.89	3.28	0.30	1.24	1.74
16	16-8-18S	2.83	2.31	0.26		
17	16-12-20S	1.90	1.39	0.26		
18	17-17-17S	2.38	4.14	0.28		
19	HAU	3.82	9.22			
20	15-15-10H	2.85	5.08	0.25		
21	15-8-17H	2.86	2.32	0.25		
22	16-9-20H	4.86	4.19	0.26		
23	16-12-20H	3.79	4.62	0.26		
24	17-17-17H	3.8	3.25	0.28		
25	16-9-20WH	3.02	2.34	0.26		
26	12-5-8S	15.22	11.60	0.20		
27	40		5.02			
28	42		1.83			
29	45		2.31			
30	48		2.33			

上述结果只是初步分析，已能看出尿素、氯离子对分析结果的影响非常大，对于高浓度肥料，两项校正值之和占到了近 30-50%。因此校准需要准确。

（四）知识产权

未涉及专利。

（五）产业化前景

本标准产品腐植酸复合肥具有改土增肥、绿色环保的突出特点，因其腐植酸性状与土壤腐殖质的相似性，因此是最为有效的土壤有机质补充来源。对于提高化肥利用率、改良土壤、节水节肥、改善农业环境等具有重要意义，有巨大的推广前景。我国目前每年消费化肥 5000 万吨的规模，加入腐植酸可节肥 5%-10%。以 10%计，腐植酸肥料每年有 500 万吨（折纯）的市场预期。随着我国一带一路的发展，还将会迎来更为广泛的应用。因此该产品具有良好的发展前景。

（六）文献检索情况

编制本标准前详细查阅了国内外标准发布部门，至标准编制之日尚未发现与计划编制标准相类同或相似标准。

（七）其他标准检索到的关系

至标准编制之日尚未发现与计划编制标准相类同或相似的国家标准。本标准发布实施后，将达到国内先进水平。

（八）与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

至标准编制之日尚未发现与计划编制标准相冲突的现行法律、法规和强制性国家标准。

（九）重大分歧意见的处理经过和依据

根据标准送审稿的征求意见，对标准与本编制说明进行修改。

（十）标准属性

《腐植酸复合（掺混）肥料》化工行业标准属于推荐性行业标准。

（十一）贯彻国家标准的要求和措施建议

为了贯彻好本标准，使其有效发挥作用，建议在标准发布后，在全国化肥行业进行宣传与贯彻，并组织有关部门进行学习和培训。

建议政府管理部门将该产品标准作为对腐植酸复合肥的正常生产和相关部门对腐植酸复合肥的检验和验收参考依据，以使《腐植酸复合（掺混）肥料》产品标准促进腐植酸行业的有序快速发展。

(十二) 废止现行有关标准的建议

无。

(十三) 其他应予说明的事项

无。