

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T ----—XXXX

腐植酸复合（掺混）肥料

Humic Acid-inorganic Compound (Blengding) Fertilizer

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2015 年 4 月 10 日）

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX

中华人民共和国国家工业和信息化部 发
布

前 言

本标准按照GB/T1.1-2009给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料与土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC105/SC3)归口。

本标准起草单位：

主要起草人：

本标准为首次制定。

腐植酸复合肥料

1 范围

本标准规定了腐植酸复合肥料的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、包装、标识、运输和贮存。

本标准适用于以风化煤、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，以及腐植酸活化后反应液涂覆包裹在至少两种单质无机肥料外层并经干混方法制成腐植酸掺混颗粒肥。

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 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 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 8571 复混肥料实验室样品制备

GB/T 8573 复混肥料中有效磷含量测定

GB/T 8576 复混肥料中游离水含量测定 真空烘箱法

GB 15063—2009 复混肥料(复合肥料)

GB/T 17767.1 有机一无机复混肥料中总氮含量的测定

GB/T 17767.3 有机一无机复混肥料中总钾含量的测定

GB 18382 肥料标识内容和要求

GB 18877-2009 有机无机复混肥料

GB 21633-2008 掺混肥料

GB/T 24891 复混肥料粒度的测定

HG/T 2843 化肥产品化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

HG/T 4217-2011 无机包裹型复混肥料（复合肥料）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

腐植酸 **humic acid**

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。

3.2

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, 以及涂覆于无机肥料表面的包裹型腐植酸复合肥料。

3.3

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。

3.4

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。

3.5

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。

4 质量要求

4.1 外观

黑色、褐色颗粒。

5.2 技术要求

表1 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	

5.3 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。

6 试验方法

警告—试剂中的重铬酸钾及其溶液具有氧化性，硫酸及其溶液、盐酸、硝酸银溶液和氢氧化钠溶液具有腐蚀性，相关操作应在通风厨内进行。本标准并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

6.1 一般规定

本标准中所用试剂、水和溶液的配制，在未注明规格和配制方法时，均应按HG/T 2843规定执行。

6.2 外观

目测法。

6.3 水分的测定 真空烘箱法

按 GB/T 8576 规定的方法执行。

6.4 总氮含量的测定

按GB/T 17767.1规定的方法执行

6.5 有效五氧化二磷含量

按GB/T 8573规定的方法执行。

6.6 总氧化钾含量的测定

按GB/T 17767.3规定的方法执行。

6.7 活性腐植酸含量的测定

按附录 A 规定的方法执行，碳系数按照有机碳的定义，本标准腐植酸指可溶于碱性或中性溶液中能被重铬酸钾氧化的那部分有机物，因此碳系数取 0.58。

6.8 总腐植酸含量的测定

按附录A规定的方法执行，只是抽提剂采用焦磷酸钠碱抽提液，配制方法按GB/T 11957-2001中4.2.1规定的方法执行。

6.9 酸碱度 pH 值（10%水溶液）

按 GB/T 18877-2009 中 5.9 规定的方法执行。

6.10 粒度测定 筛分法

按 GB/T 24891 规定的方法执行。

6.11 砷、铬、铅、铬和汞含量测定

按 GB/T 23349 规定执行。

7 检验规则

7.1 检验类别及检验项目

产品检验分出厂检验及型式检验，出厂检验项目为总养分、水分、粒度、活性腐植酸含量、总腐植酸含量、酸碱度。重金属为型式检验项目。

型式检验为表1中规定的所有项目，下列情况时，应进行型式检验：

- 新产品设计定型鉴定及批试生产定型鉴定；
- 正式生产时，原料、工艺及设备发生变化；
- 国家或地方质量监督机构提出型式检验要求时。

7.2 组批

产品按批检验，按1天或2天的产量为一批，最大批量为1000t。

7.3 采样方案

7.3.1 袋装产品

按GB/T 6678-2003中7.6.1条和第11章的规定执行。

腐植酸掺混肥料按GB21633-2008中6.3.1的规定执行。

7.3.2 散装产品

按GB/T 6679-2003中3.2.3.2规定执行。

7.4 样品缩分及制备

按GB/T 8571规定执行。

腐植酸掺混肥料按GB/T 6679-2003中6.4的规定执行。

7.5 结果判定

7.5.1 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”。

7.5.2 出厂检验的结果全部符合本标准表1或表2的技术要求时，则判定该批产品合格。

7.5.3 如果生产企业出厂检验结果中有一项指标不符合本标准要求时，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本标准要求时，则判该批产品不合格。

8 标识

8.1 应在产品包装容器正面标明产品名称，同时标明总养分、总腐植酸含量，活性腐植酸含量。

8.2 产品如含有硝态氮，应在包装容器正面标明“含硝态氮”。

8.3 氯离子的质量分数大于3.0%的产品，应按GB15063的要求根据氯离子的质量分数，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”产品，包装容器上不应有忌氯作物的图片，也不能有硫酸钾（型）、硝酸钾（型）、硫基等容易导致用户误认为不含氯的标识。有含氯（高氯）的产品应在包装容器上标明产品的适用作物品种和使用不当会对作物造成伤害”的警示语）。

8.4 含有尿素态氮的产品应在包装容器上标明以下警示语：“含缩二脲，使用不当会给作物造成伤害”。使用方法、适宜作物及不适宜作物。

8.5 产品的包装容器上有使用说明，内容包括：警示语（如“氯含量较高，含缩二脲，使用不当会给作物造成伤害”等）、使用方法、适宜作物及不适宜作物、建议使用量等。

8.6 应每袋净含量应标明单一数值，如25kg、40kg或50kg等。其余应符合GB18382。

8.7 腐植酸掺混肥料标识按GB21633-2008中7的规定执行。

9 包装、运输和贮存

9.1 50kg、40kg、25kg、10kg 规格产品的包装材料应按GB 8569 中对复混肥料产品的规定进行。每袋净含量允许范围分别为 (50 ± 0.5) kg、 (40 ± 0.4) kg、 (25 ± 0.25) kg、 (10 ± 0.1) kg，每批产品平均每袋净含量不得低于50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、10.0 kg。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。

9.2 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。

9.3 在符合 GB8569 规定的前提下，宜使用经济实用型包装。

9.4 产品应贮存于场地平整、阴凉干燥处。包装件应堆放整齐，堆置高度应小于 7m。

9.5 产品运输过程中应防潮、防晒、防破损。

9.6 腐植酸掺混肥料的包装、运输和贮存按GB21633-2008中8的规定执行。

附 录 A
(规范性附录)
活性腐植酸含量测定

A.1 方法提要

用pH 6~7的磷酸二氢钾-氢氧化钠的混合溶液为抽提剂从样品中抽提腐植酸;再在强酸性溶液中,用重铬酸钾将腐植酸中的碳氧化成二氧化碳,根据重铬酸钾消耗量和腐植酸含碳比,同时减去尿素、氯离子消耗的重铬酸钾体积,计算腐植酸的含量。

A.2 试剂

A.2.1 磷酸二氢钾溶液 $c=0.2\text{mol/L}$:称取27.22g分析纯二氢钾(KH_2PO_4)(GB/T1274),放入烧杯中,加入蒸馏水溶解,再转入1000mL容量瓶中,用蒸馏水稀释到刻度,摇匀。

A.2.2 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH})=0.2\text{mol/L}$:称取8g分析纯氢氧化钠(NaOH)(GB/T629),放入烧杯中,加入蒸馏水溶解,再转入1000mL容量瓶中,用蒸馏水稀释到刻度,摇匀。

A.2.3 磷酸二氢钾-氢氧化钠抽提液(pH 6~7) $c=0.2\text{mol/L}$:取250mL 0.1 mol/L磷酸二氢钾溶液(4.2.1),与118mL 0.2 mol/L氢氧化钠溶液(4.2.2)混匀,加水定容至1000mL。

A.2.4 重铬酸钾标准溶液 $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1\text{mol/L}$:将优级纯重铬酸钾(GB/T 642)在130℃下干燥3h,置于干燥器中冷却,然后准确称取4.9036 g 放入烧杯中,加入蒸馏水溶解,再转入1000mL容量瓶中,用蒸馏水稀释到刻度,摇匀。

A.2.5 重铬酸钾溶液 $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.4\text{mol/L}$:称取20 g重铬酸钾溶于少量水中.将溶液转入1000 mL容量瓶中,用蒸馏水稀释到刻度,摇匀。

A.2.6 硫酸亚铁铵标准溶液 $c[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]\approx 0.1\text{mol/L}$:称取40 g分析纯硫酸亚铁铵 $[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4\cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ (GB/T 661),溶于蒸馏水中,加入20mL浓硫酸,用蒸馏水稀释到1000mL,摇匀,装入棕色瓶中贮存。使用前须用0.1 mol/L重铬酸钾溶液按下述方法标定:

准确吸取25mL 0.1 mol/L重铬酸钾标准溶液(4.2.4),放入250mL三角瓶中,加入70~80mL蒸馏水和10mL浓硫酸(4.2.9),冷却后,加邻菲罗啉指示剂(4.2.7)3滴,用硫酸亚铁铵标准溶液(4.2.6)滴定到溶液由橙色变成砖红色(也可用2mL化学纯磷酸(GB/T 1282)和5滴二苯胺指示剂(4.2.8)代替硫酸和邻菲罗啉,用硫酸亚铁铵标准溶液滴定到溶液由橙色变为绿色)。

硫酸亚铁铵标准溶液的浓度 $c(\text{mol/L})$ 按式(1)计算:

$$c = \frac{25}{V} \times 0.1 \quad \dots\dots\dots A-(1)$$

式中: V — 滴定25 mL重铬酸钾标准溶液所用硫酸亚铁铵标准溶液体积, mL。

A.2.7 邻菲罗啉指示剂:称取1.5 g邻菲罗啉(GB/T 1293)及1 g硫酸亚铁铵或0.7 g硫酸亚铁(GB/T 664)溶于100 mL蒸馏水中,用棕色瓶保存。

A.2.8 二苯胺指示剂(GB/T 681):称取0.5g二苯胺溶于20 mL蒸馏水中,加入100 mL浓硫酸。

A.2.9 硫酸(GB/T 625):化学纯, 95%,

A.3 仪器设备

A.3.1 分析天平:感量0.000 1 g。

A.3.2 恒温水浴:4孔或4孔以上,控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

A.4 测定步骤

A.4.1称取按GB/T 8571制得的一般分析样品1~2g(称准到0.0002 g)于250mL三角瓶中,加入磷酸二氢钾-氢氧化钠抽提液(4.2.3)100 mL,摇动使样品润湿,在锥形瓶口盖一小漏斗,置于 $(100\pm 1^\circ\text{C})$ 的水浴中(温度达不到时,加适量甘油调节),加热抽提1h,每隔20min摇动一次,使样品均匀抽提。

A. 4. 2 取出锥形瓶，冷却到室温，将抽提液及残渣全部转入200mL容量瓶中，用抽提液(4. 2. 3)稀释到刻度，摇匀。用中速定性滤纸干过滤，弃去最初的约10ml溶液，随后滤出50–100mL滤液，供测定腐植酸用。

A. 4. 3 准确吸取滤液5mL于250 mL三角瓶中，用移液管准确加入5mL，0. 4 mol/L重铬酸钾溶液（4. 2. 5）和15ml浓硫酸(4. 2. 9)，于(100±1) °C水浴中加热氧化30 min，取下冷到室温，用蒸馏水稀释到100 mL左右，冷却后加3滴邻菲罗琳指示剂(4. 2. 7)，用硫酸亚铁铵标准溶液(4. 2. 6)滴至砖红色。

另外准确吸取2份0. 4mol/L重铬酸钾，每份5ml，各加5ml磷酸二氢钾-氢氧化钠抽提液和15ml浓硫酸，按本条的规定氧化和滴定，测定空白值。

A. 4. 4 样品中氯离子含量测定：

按GB15063规定的方法执行。

A. 4. 4 样品尿素总氮含量测定

按GB/T2441规定的方法执行。

A. 5 结果计算

测定结果按式(2)计算：

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

(2)

式中：HA_{ad}——分析试样中的活性腐植酸产率，%；

V₁ —— 滴定试液所消耗的标准硫酸亚铁铵溶液的体积，mL；

V₀ —— 滴定空白所消耗的标准硫酸亚铁铵溶液的体积，mL；

c —— 硫酸亚铁铵标准溶液的浓度，mol/L；

0. 003 —— 与1. 00ml C(Fe²⁺)=1. 000mol/L硫酸亚铁铵溶液相当的碳的重量，g；

x₁——样品中的尿素总氮含量，%；

0. 0105——与1%尿素总氮含量相当的可被重铬酸钾氧化的碳的质量分数；

x₂——样品中的氯离子含量，%；

0. 8652——样品中氯离子可被重铬酸钾氧化的碳的质量分数；

1/12——与1%氯离子相当的碳的质量分数；

R —— 腐植酸的含碳比，取0. 58；

a —— 抽提液定容后的总体积，mL，本方法中为200 mL；

b —— 测定时所取试液的体积，ml，本方法中为5 mL；

m —— 试样质量，g。

结果按数字修约规则修约到小数后二位报出。

A. 6 精密度

活性腐植酸产率两次重复测定的差值不得超过附表A-1规定的数值：

附表 A-1

HA _{ad} /%	重复性限（绝对值）/%
<5	0. 3
≥5	0. 5