

《矿物源腐植酸肥料中可溶性腐植酸的测定》国家标准

征求意见处理汇总表

标准项目名称：矿物源腐植酸肥料中可溶性腐植酸的测定 承办人：郝晓莉 共 4 页
主要起草单位：辽宁省农业科学院等单位 电话：024-31021034 2014 年 1 月 10 日填写

序号	标准章条编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由
1	题目	腐植酸和黄腐酸来源相同，仅性质有差异，腐植酸和黄腐酸重新定义无明显优点	湖南省化肥农药质量监督检验站，王英强	不采纳，因为：黄腐酸包括在腐植酸中的概念使产品名称不规范、检测方法不统一，与生产实践不一致。重新定义有理论、实践和检测基础，共同点多余分歧点。
2	3.1	3.1 腐植酸的定义混淆，“能溶于稀碱溶液，不能溶于酸和水，呈黑色或棕黑色的无定形有机弱酸混合物”仅仅指的是胡敏酸—棕腐酸、黑腐酸等。 3.1 腐植酸是天然大分子有机聚合物，主要组分为黄腐酸、棕腐酸、黑腐酸等，含有多种活性基团—羧基、酚羟基、醇羟基、酮基、羰基等，具有络(螯)合、吸附、渗透、粘结、交换、稀释、缓释、稳定、表面活性等物理、化学特性和生物活性。该定义应与农大教科书一致，也应与“腐植酸十二五规划”定义一致。	农业部优质农产品开发服务中心，邢文英	不采纳。我们所作出的定义是将腐植酸与黄腐酸分开的，这里指的腐植酸不包括黄腐酸。首先在溶解性上，黄腐酸可溶于酸、碱、水，而腐植酸仅溶于碱，而不溶于酸和水，这是二者在溶解性上的显著区别；第二，黄腐酸分子量较小，而腐植酸分子量较大，这也决定了二者在理化性质上的显著区别；第三，从生产实践上看，黄腐酸主要用于叶面肥，其价值较高，腐植酸用作底肥、有机肥，相对价值较低。从以上几方面，我们认为将黄腐酸与腐植酸合并在一起是不合理的，所以我们将腐植酸做出定义。

3	3.2	3.2 矿物源腐植酸 humic acid from mineral source 定义中“等有机矿物”涵盖过广。建议更改为 mineral humic acids “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。”	农业部优质农产品开发服务中心，邢文英	不采纳，因为： 该定义描述仅适用该标准。同时，该定义是分类需要，无须更改。
4	4.2	4.2 “试剂”改为“试剂和溶液”	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	不采纳，此为通用格式。
5		4.2 试剂按市售、制备溶液、指示剂的顺序编排。 HG/T 2843 中有的溶液在本标准中可不列出制备方法。重铬酸钾标准滴定溶液直接配置时应使用基准试剂。	山东省化工研究院，崔爱红	部分采纳。按照正常使用顺序，指示剂顺序可提前。 采纳。
6	4.2.1	硫酸， $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 改为“硫酸，分析纯 $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ”	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	不采纳。除非另有说明，均指分析纯试剂。
7	4.2.2	4.2.2 改为“ $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=2\text{ mol/L}$ 。” 改为“量取110mL浓硫酸，将浓硫酸沿烧杯壁缓缓加入水中，并不断搅拌，冷却至室温后定容至1000 mL。” (108.7mL是很费事的做法。)	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	采纳。
8	4.2.3	氢氧化钠溶液 $\{w[\text{NaOH}]=1\%\}$ 。 储存于试剂瓶中。 改为“氢氧化钠溶液，10g/L。” 储存于塑料瓶中。	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	部分采纳。 氢氧化钠溶液质量分数表示没有错误，不采纳。 氢氧化钠溶液长时间存放应放置在塑料瓶中。采纳。
9	4.2.4	重铬酸钾标准溶液，优级纯， $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1\text{ mol/L}$ 。 将重铬酸钾于130℃烘干3h，在干燥器中冷却至室温，称取4.9036g溶于水，然后转移到1000 mL容量瓶中，用水定容至刻度。 改为“将基准重铬酸钾于130℃烘干3h，在干燥器中冷却至室温，称取4.9036g溶于水，然后转移到1000 mL容量瓶中，用水定容至刻度。”	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平 山东省化工研究院，崔爱红	采纳。
10	4.2.5	将事先经130℃干燥过的重铬酸钾19.614g溶于水中（必要时可加热） 改为“取重铬酸钾20g溶于600mL~800mL水中（必要时可加热溶解）”。	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	采纳。

11	4.2.7	硫酸亚铁铵标准溶液 改为“硫酸亚铁铵标准滴定溶液” 硫酸亚铁铵标准溶液滴定至由橙色经绿色变为砖红色为终点 改为“硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至由橙色经绿色变为砖红色为终点。” “放入两条洁净的铝片或电缆铝线，以保持溶液浓度长期稳定，避免经常标定。” 改为“放入两条洁净的铝片或电缆铝线，以保持溶液浓度长期稳定。”	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	不采纳。硫酸亚铁铵标准溶液的确是做滴定的，但通常的提法是“标准溶液”，而不是“标准滴定溶液”。 不采纳。现有标准一般均这样标明。
12	4.3.4	pH 计，精度 0.01 改为“pH 计，精度 0.1pH 单位”（后面数据要求小数点后 1 位）	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	不采纳。现有 pH 计精度可达 0.01。
13	4.4.1.1	固体试样经多次缩分后，取出 200 g，将其研磨全部过 80 目孔径筛，混合均匀后置于干燥样品瓶中，备用。 改为“将试样经多次缩分至 200g，将其研磨（粉碎）全部通过 80 目（0.177mm）孔径筛，置于洁净、干燥样品瓶中。”	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	不采纳。80 目筛的孔径即为 0.177mm，不必特别标出。
14	4.4.1.2	4.4.1.2 取液体试样经多次摇动后，迅速取出约 200 mL，置于洁净、干燥样品瓶中，于室温条件下密闭保存。 改为“液体试样在检测前，必须经多次摇动、使试样均匀后，方能取式样检测。”	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	不采纳。液体样品有沉淀，因此必须摇匀后立即取样。
15	4.4.1	在样品制备中提到 GB/T 6679 标准，应该删去。那是采样通则，而这里是采样后的样品处理。	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	采纳。
16	4.4.2	本次腐植酸系列方法标准都很费时，而且又要求在一天内完成测定，工作量太大，费时的步骤是过滤洗涤，第一步提取液用干过滤的方法比提取液全部过滤并洗涤肯定要省时，而且煤中腐植酸测定 GB/T11957-2001 中提取液分离也是采用干过滤。建议第一步提取液用干过滤的方法分离。	湖南省化肥农药质量监督检验站，王英强	不采纳。分取后的测定结果偏小，结果误差偏大。
17	4.4.2	提取：“取出锥形瓶，冷却后将提取液经中速滤纸过滤，用约 100 mL 水少量多次洗涤”分析过程中过滤速度慢，	山东省化工研究院，崔爱红	不采纳。热过滤在实验过程中没有考虑。

		滤液易出现沉淀物，建议改为“趁热过滤，用约 100 mL 水少量多次洗涤沉淀物，沉淀物最后转入滤纸”。		
18	4.4.3	泥炭调至 pH 2.5，其它为 pH 1.5，这对生产厂家知道原料来源没有问题，但是对检验机构来说可操作性就不强了，检验机构根本不知道所检样品的真实生产原料，建议统一沉淀 pH 为 2.0 或 1.5。	湖南省化肥农药质量监督检验站，王英强	采纳。将沉淀 pH 改为 1.5。
19	4.4.3	沉淀：“最后用氢氧化钠溶液（4.2.3）溶解沉淀并收集洗脱碱液，定容至 100 mL（V2）”操作过程描述不详细，建议改为：“沉淀物转移至 100ml 烧杯中，用氢氧化钠溶液（4.2.3）溶解，转移至 100ml 容量瓶中，用氢氧化钠溶液（4.2.3）稀释至刻度（溶液中滤纸碎屑时，应过滤）。”	山东省化工研究院，崔爱红	不采纳。这样处理会引入有机物，同时将沉淀再次转移至烧杯中会再次损失腐植酸，且增加一次过滤，过程繁琐。
20	4.4.6	（空白和样品在同一批次进行氧化）。改为“（空白和试样在同一批次进行氧化）。”	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	采纳。
21	5	硫酸亚铁铵标准溶液 改为“硫酸亚铁铵标准滴定溶液”	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	不采纳。理由同第 19 条意见。
22	5	0.003 建议改为：碳 C（1 / 4）的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔（g / mmol）。	山东省化工研究院，崔爱红	不采纳。标准中对 0.003 的表述已经很清楚，再用碳 C（1 / 4）的毫摩尔质量的数值容易造成理解上的困难。
23	6	平行测定结果的相对差值不大于 3.0%，不同实验室测定结果的相对差值不大于 4.0%。 改为“平行测定结果的绝对差值不大于 1.0%，不同实验室测定结果的绝对差值不大于 2.0%。”（在编制说明中的平行测定结果的绝对差值只有一个数据大于 1.0%）允许差值大于编制说明数据，建议允许差相应调整。	湖南省化肥农药质量监督检验站，王英强； 河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	不采纳。
24		平行测定应同时进行	天脊煤化工集团股份有限公司，王百文	采纳。

说明：① 发送“征求意见稿”的单位数：97 个。

② 除工作会议外，收到“征求意见稿”后，回函的单位数：12 个。

③ 除工作会议外，收到“征求意见稿”后，回函并有建议或意见的单位数：12 个。