

《肥料和土壤调理剂 肥料中腐植酸和疏水性黄腐酸含量的测定》

国家标准制订编制说明

（征求意见稿）

一、工作简况

1 任务来源

《肥料和土壤调理剂 肥料中腐植酸和疏水性黄腐酸含量的测定》国家标准制订计划编号为20230879-T-606。由上海化工院检测有限公司、山东省产品质量检验研究院、上海化工研究院有限公司、辽宁普天科技有限公司等单位共同负责制订，本文件由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会（TC 105）归口。本标准为首次制定。

2 标准制定背景

腐殖物质广泛存在于海洋、河流、湖泊和表层土壤等所有生态系统之中。腐植酸和疏水性黄腐酸都是腐殖物质的重要组成，是天然植物源材料，富含酚羟基、羧基、羰基等多种活性官能团。腐植酸和黄腐酸与氮肥结合后，可显著降低氮肥损失；与磷肥结合后，能够减缓磷肥在土壤中的固定；可促进作物根系生长，提高根系活力，增强作物吸收和利用养分的能力，显著提高肥料利用率和作物产量，且安全环保。以腐植酸作为肥料增效剂可以通过综合调控“作物-肥料-土壤”系统，大幅度提高肥料利用率，推进化肥零增长和化肥减施增效，并可缓解当前产能过剩和同质化竞争的局面。因此对腐植酸和疏水性黄腐酸的准确定量对于学术研究和商业应用，特别是农业土壤和植物的管理都至关重要。

本文件优化了国际腐殖物质协会(IHSS)所使用的传统提取与检测方法，排除了矿物盐、多糖、氨基糖、氨基酸、蛋白质、酸和碳水化合物等物质的干扰，杜绝了生产商向产品中掺入木质素磺酸盐等物质冒充腐植酸的情况。

3 主要工作过程

《肥料和土壤调理剂 肥料中腐植酸和疏水性黄腐酸含量的测定》国家标准的制定计划下达后，由上海化工院检测有限公司、山东省产品质量检验研究院、上海化工研究院有限公司、辽宁普天科技有限公司等单位共同成立标准起草工作组，制定了工作方案。

本文件的主要制定过程如下：

2023 年 8 月~10 月，标准起草小组开展了市场调研、资料查阅等工作，查阅收集相关国际标准、国家标准、行业标准。

2023 年 11 月~2024 年 1 月，标准起草小组将 ISO 19822:2018《肥料和土壤调理剂-肥料中腐植酸和疏水性黄腐酸含量的测定》逐条翻译为中文，并在此基础上，完成了本文件的征求意见稿和编制说明的编写。

二、国家标准编制原则、主要内容及确定依据

本文件根据 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。

本文件等同采用 ISO 19822:2018《肥料和土壤调理剂-肥料中腐植酸和疏水性黄腐酸含量的测定》国际标准。

本文件规定了腐植酸和疏水性黄腐酸的测定方法，适用于商业肥料、土壤调理剂和地质沉积物的固体和液体原料中腐植酸和疏水性黄腐酸的测定。

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益

为验证本方法的精密度，ISO/TC 134 第 2 工作组于 2016 年组织开展了国际实验室间比对研究，研究通过对 11 个参与实验室所测得的数据进行统计分析，依据 ISO 5725-2:1994 确定该方法的精密度。

2016 年 2 月，组织者发出邀请函，邀请其参加 ISO 用于分析商业产品中腐植酸和疏水性黄腐酸的分析方法的实验室间比对研究。来自 6 个国家的 12 个实验室同意参加这项研究，并遵守以下标准：

- a) 在研究开始前准备好所有的必要的仪器、化学品及方法中规定的其他要求；
- b) 严格满足具体的时间要求，如计划的开始日期和结束日期；
- c) 应严格遵守操作规程，不得作任何修改；
- d) 分析测试应由有资质的实验人员完成；
- e) 每项分析均须在可重复性条件下进行，即由同一实验人员在不同日期使用

同一设备进行；

f) 上报 4 次平行测定的结果，无论数据多么不平行，都不能舍弃或重新分析。

前期研究

实验室间比对研究于 2016 年 6 月开始，第一阶段为前期研究，包括使用 ISO/CD 19822 的程序对样品进行分析测定。本阶段用于帮助实验室熟悉检测方法，如遇到任何技术问题，可以与项目负责人沟通。样品由美国腐植酸产品贸易协会免费提供给实验室。

第一阶段分析了两种样品：一种固体矿物样品和一种液体商品。由于先前已对固体进行了均质化处理，而液体产品在取出试样之前只需在容器中摇晃样品即可混匀，因此采样变异性大大降低。主办方提供了足够的样品，以供多次分析测定。

每个实验室都被分配了一个保密的实验室序号。每个实验室向项目负责人报告了两个样品的 4 次重复测定结果以及试验过程中的观察及对其的意见。项目负责人对数据进行统计分析后，将结果分享给所有参与实验室。

对第一阶段前期研究结果的初步统计分析显示，所报告的被测物具有很高的变异性。通过对各实验室上报的固体样品的水分、腐植酸(HA) 以及疏水性黄腐酸(HFA)的灰分、洗脱柱体积、 DAX-8 树脂用量的分析，对操作规程进行了修订。修订内容如下：

- 固体样本的水分测定；
- 腐植酸(HA)和疏水黄腐酸(HFA)的灰分测定；
- 使用分光光谱仪测定吸光度以确定 HFA 达到平衡；
- 用于洗脱的柱体积；
- 包装在层析柱中的 dax-8 树脂的体积；
- 安柏石离子交换树脂体积；
- 选择使用重型高温离心管代替塑料管，无需将材料转移到耐热坩埚。

实验室的意见汇编后分发给参与的实验室。组织者对参与者的技术建议进行了评估，并纳入标准草案，以进一步完善分析步骤。

实验室间比对研究

2016 年 7 月 15 日，实验室间研究的第二阶段开始。本阶段测定了 4 个腐植酸商品，各样品具有不同的水分、灰分、腐植酸含量和疏水性黄腐酸含量。要求参与实验室在不同的日期，由同一实验人员，使用相同的设备对每个样品进行 4 次重复测定。由于固体样品已被项目负责人粉碎、筛分和混匀，参与者可直接使用收到的固体样品，无需制样。液体样品由实验人员在检测前摇晃样品 1 分钟来混匀样品。

四种不同的样品被运送给参与者：

- 第一阶段所使用的固体矿物样品(QCM1.1)；
- 固体矿物样品(D2)，样品来源于来自另一个矿山，其 HA 含量低于 QCM 1.1；
- 液体萃取物(L2)；
- 液体提取物(L3)，其 HA 和 HFA 含量均为样品 L2 的 2 倍。

项目负责人对实验室提交的数据进行统计分析，汇编的数据连同统计分析一起送交所有参与实验室。

数据统计与分析

对此次参与实验室报告的数据进行了与第一阶段相同的统计分析，使用相同的统计分析软件确定了离群值。可能的近离群值被定义为小于第一个四分位数- $1.5 \times IQR$ 和大于第三四分位数+ $1.5 \times IQR$ 的数。可能的远离群值被定义为小于第一个四分位数- $3.0 \times IQR$ 和大于第三个四分位数+ $3.0 \times IQR$ 的数。通过比较，阶段 2 的被测物质浓度的测定结果相较于阶段 1 更加稳定，这表明实验人员更加熟悉了实验步骤。表 1 总结了所有测定参数的平均值，不包括离群值。2016 年 11 月 15 日，项目负责人在中国临沂，向国际标准化组织 134 技术委员会第 2 工作组汇报了实验室间比对研究数据结果以及造成部分数据离群的原因。

依据 ISO 5725-2《测量方法与结果的准确度-第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》计算方法的重复性和再现性。统计结果于 2017 年初通过电子邮件提交给第 2 工作组，2017 年 6 月 11 日在巴西瓜鲁雅举行的会议中讨论了 ISO/TC 134 第 2 工作组讨论了该标准并提出了意见。

表 2 列出了实验室间比对研究中检测结果的精密度和重复性。

表 1 四种样品的水分、灰分和无灰被测组分浓度的平均值

样品号	水分, %	腐植酸提取物 灰分, %	黄腐酸提取物 灰分, %	腐植酸含量, %	疏水性黄腐酸含 量, %
QCM 1.1	9.03	15.28	11.11	59.08	2.37
D2	12.79	18.94	37.56	56.02	2.00
L2	—	15.32	50.76	5.76	0.69
L3	—	15.79	34.9	8.91	1.28

表 2 r (重复性)和 R (再现性)

样品号	腐植酸				疏水性黄腐酸			
	r	R	$r\%$	$R\%$	r	R	$r\%$	$R\%$
QCM 1.1	4.08	9.98	6.91	16.9	0.55	2.63	23.26	110.9
D2	2.64	15.94	4.71	28.45	0.95	1.62	47.38	81
L2	0.78	1.42	13.61	24.63	0.5	0.96	72.9	139.2
L3	1.1	2.05	12.3	22.98	0.65	1.63	50.86	127.1

预期经济效益、社会效益和生态效益

ISO 19822:2018《肥料和土壤调理剂-肥料中腐植酸和疏水性黄腐酸含量的测定》国际标准于 2018 年发布,标准发布实施后,各国标准化部门积极采标应用,已有多国将其转化成为国家标准。将国际标准转化为我国国家标准将提高我国标准的先进性,争取与国际标准协调一致,在很大程度上将提高肥料分析检测的技术水平,带动全球肥料产业的发展,同时将促进我国肥料出口贸易的增长,带动我国肥料产业的国际化,使中国肥料制造业在“一带一路”国家战略中扬帆出海。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

本文件等同采用 ISO 19822:2018《肥料和土壤调理剂-肥料中腐植酸和疏水性黄腐酸含量的测定》国际标准。

我国国内主要的检测方法国家标准为 GB/T 34765-2017《矿物源黄腐酸含量的测定》GB/T 34766-2017《矿物源总腐殖酸含量的测定》两项标准均主要仅针对于矿物源的腐植酸和黄腐酸(黄腐酸),来源较为单一。

国际上肥料中腐植酸与黄腐酸的检测方法的国际标准仅有本文件所转化的

这项国际标准：ISO 19822:2018《肥料和土壤调理剂-肥料中腐植酸和疏水性黄腐酸含量的测定》。本文件中的方法优化了国际腐殖物质协会(IHSS)的传统提取与检测方法，排除了矿物盐、多糖、氨基糖、氨基酸、蛋白质、酸和碳水化合物等物质的干扰，杜绝了生产商向产品中掺入木质素磺酸盐等物质冒充腐植酸的情况。

五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

本文件合规等同采用 ISO 19822:2018《肥料和土壤调理剂-肥料中腐植酸和疏水性黄腐酸含量的测定》国际标准。

六、与有关的法律、行政法规及相关标准的关系

与有关的现行法律、法规和强制性国家标准无冲突。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

八、涉及专利的有关说明

本文件为方法标准，标准属性建议为推荐性标准。

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

建议在标准发布后，在全国肥料行业开展培训活动，通过举办培训班、讲座等形式进行宣传与贯彻标准，使其有效发挥作用。

十、其他应予说明的事项

无。

标准起草小组

2024 年 2 月