

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3276—2019

代替 HG/T 3276—2012

腐植酸铵肥料分析方法

Test method of ammonium humate fertilizer

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 3276—2012《腐植酸铵肥料分析方法》。与 HG/T 3276—2012 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 删除了“腐植酸类肥料”（见 2012 年版的 3.4）、“风干试料”（见 2012 年版的 3.8）、“烘干试料”（见 2012 年版的 3.9）的术语和定义；
- 修改了“腐植酸类物质”（见 3.1，2012 年版的 3.1）、“腐植酸”（见 3.2，2012 年版的 3.2）、“黄腐酸”（见 3.3，2012 年版的 3.2）、“总腐植酸”（见 3.5，2012 年版的 3.6）、“可溶性腐植酸”（见 3.6，2012 年版的 3.7）的术语和定义；
- 将腐植酸与黄腐酸分离 pH 条件调整为 pH=1.0；
- 修改了“水分的测定”（见 4.9，2012 年版的 4.2），修改“速效氮的测定”（见 2012 年版的附录 A）为“铵态氮含量的测定”（见附录 A），删除了“含有易挥发性成分干扰水分测定的试料的水分测定”（见 2012 年版的 4.3），删除了“灰分含量的测定”（见 2012 年版的 4.4），删除了“硝基腐植酸铵中速效氮的测定”（见 2012 年版的附录 B）；
- 检验结果取消了以干基计的换算，以应用基直接反映真实含量。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会腐植酸肥料分技术委员会（SAC/TC105/SC7）归口。

本标准起草单位：辽宁普天科技有限公司、广西勤德科技股份有限公司、辽宁省标准化研究院、辽宁省农业发展服务中心、西安远征智能软件有限公司、上海化工院检测有限公司。

本标准主要起草人：曹洪宇、邹德乙、于向华、刘文璐、王安、叶长东、薛辉、王永欢、李恩东、徐晨、于秀华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 3276—1978；HG/T 3276—1999；HG/T 3276—2012。

腐植酸铵肥料分析方法

1 范围

本标准规定了腐植酸铵肥料的分析方法。

本标准适用于以泥炭、褐煤、风化煤为原料，采用直接氨化或酸洗后氨化制得的腐植酸铵肥料。

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 8576—2010 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法

GB/T 17767.1 有机-无机复混肥料的测定方法 第1部分：总氮含量

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

腐殖物质 humic substances

由动植物残体，主要是植物残体，经微生物的分解和转化以及地球物理和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生物化学技术转化的一类由芳香族、脂肪族及多种官能团组成的无定形有机弱酸混合物。其主要成分为腐植酸、黄腐酸和不溶物胡敏素。

3.2

腐植酸 humic acid

腐殖物质中一组分子量较大的，只能溶于稀碱溶液，不能溶于酸和水，具有芳香族、脂肪族及多种官能团结构特征的，呈黑色或棕黑色的无定形有机弱酸混合物。

3.3

黄腐酸 fulvic acid

腐殖物质中一组分子量较小的，既能溶于稀碱溶液，又能溶于酸和水，具有芳香族、脂肪族及多种官能团结构特征的，稀溶液呈黄色或棕黄色的无定形有机弱酸混合物。

3.4

腐植酸铵肥料 ammonium humate fertilizer

以泥炭、褐煤和风化煤为原料，采用直接氨化或酸洗后氨化制成的腐植酸肥料。

3.5

总腐植酸 total humic acid

采用焦磷酸钠碱溶液从腐植酸原料或肥料中提取并经 $\text{pH}=1.0$ 的酸沉淀后得到的腐植酸。包括

游离腐植酸和被钙镁等金属离子固定的结合态腐植酸。

3.6

可溶性腐植酸 soluble humic acid

腐植酸肥料和腐植酸盐产品用水提取并经酸沉淀后得到的在提取液中呈离子态的腐植酸。是衡量腐植酸肥料和腐植酸盐产品的主要技术指标。

3.7

应用基 as received basis

以实际收到状态的样品为基准，又称收到基。

4 试验方法

4.1 警告

试剂中的重铬酸钾溶液具有强氧化性，硫酸溶液具有腐蚀性，相关操作应在通风橱内进行，试验人员应进行适当防护。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的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

4.2 一般规定

本标准所用的试剂、水及溶液的配制，在未注明规格和配制方法时，应符合 HG/T 2843 的规定。

所有测试项目均做两份试料的平行测定。

4.3 样品制备

取经多次缩分后的样品约 100 g，立即粉碎至全部通过 0.20 mm 孔径的试验筛，混合均匀，置于清洁、干燥的样品瓶中，做好标识，供分析用。

4.4 总腐植酸、可溶性腐植酸和黄腐酸的提取

4.4.1 方法提要

固体腐植酸铵肥料中的总腐植酸用焦磷酸钠碱液提取；固体腐植酸铵肥料和液体腐植酸铵肥料中的可溶性腐植酸和黄腐酸用水提取。液体腐植酸铵肥料不测总腐植酸。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 焦磷酸钠：分析纯。

4.4.2.2 氢氧化钠：分析纯。

4.4.2.3 焦磷酸钠碱液 ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)。

称取 15 g 焦磷酸钠和 7 g 氢氧化钠，溶于适量水中，将溶液转入 1 000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，密闭保存。

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 通常实验室仪器。

4.4.3.2 数显恒温水浴锅：四孔或四孔以上，控温精度 $(100 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 总腐植酸的提取

称取固体试样 $0.2\text{ g} \sim 0.5\text{ g}$ （精确至 0.0001 g ），置于 250 mL 锥形瓶中。加入 100 mL 焦磷酸钠碱液（4.4.2.3），摇动使试样润湿。于瓶口插一小玻璃漏斗，置于沸水浴中，加热抽提 2 h ，每隔 0.5 h 摇动一次。取出，冷却至室温，用中速定量滤纸过滤到 250 mL （V）容量瓶中，用水将滤纸上不溶物洗至滤液无色。加水定容，摇匀，待用。标注提取液 A。

4.4.4.2 可溶性腐植酸和黄腐酸的提取

称取固体试样 $0.2\text{ g} \sim 0.5\text{ g}$ （精确至 0.0001 g ），或称取液体试样 $2.0\text{ g} \sim 5.0\text{ g}$ （精确至 0.0001 g ），置于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 水。于瓶口插一小玻璃漏斗，置于沸水浴中，加热抽提 2 h ，每隔 0.5 h 摇动一次。取出，冷却至室温，用中速定量滤纸过滤到 250 mL （V）容量瓶中，用水将滤纸上不溶物洗至滤液无色。加水定容，摇匀，待用。标注提取液 B。

4.5 腐植酸（总腐植酸或可溶性腐植酸）含量的测定（重量法）——仲裁法

4.5.1 方法提要

在提取的腐植酸碱性溶液中加入盐酸使腐植酸沉淀析出，黄腐酸因溶于溶液中被分离除去，将沉淀物洗涤、干燥、称量，并灼烧残渣加以校正。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 盐酸： $\rho = 1.18\text{ g/mL}$ 。

4.5.2.2 盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 2\text{ mol/L}$ 。

量取 166 mL 盐酸（ $\rho = 1.18\text{ g/mL}$ ），在通风橱内将盐酸沿烧杯壁缓慢加入水中，并不断搅拌，冷却至室温后，定容至 1000 mL 。

4.5.2.3 $\text{pH} = 1.0$ 的盐酸溶液。

在烧杯中加入一定量的实验室用水，滴加 $c(\text{HCl}) = 2\text{ mol/L}$ 盐酸溶液，用 pH 计测定溶液 pH 值，直至 pH 为 1.0 ，装入洗瓶中，待用。

4.5.3 仪器、设备

4.5.3.1 通常实验室仪器。

4.5.3.2 电热恒温干燥箱：温度可控制在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

4.5.3.3 离心机：最低转速为 2000 r/min ，离心管容积大于 150 mL 。

4.5.3.4 箱式电阻炉：温度可控制在 $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

4.5.3.5 中速定量滤纸。

4.5.3.6 带磨口塞称量瓶： $\phi 70\text{ mm} \times 40\text{ mm}$ 。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 酸化沉淀腐植酸

准确移取 100 mL (V_1) 试液 (4.4.4.1 或 4.4.4.2 中定容在容量瓶中的提取液 A 或提取液 B) 于烧杯中, 加入适量盐酸 (4.5.2.1) 后, 再用盐酸溶液 (4.5.2.2) 调节试液 pH 至 1.0, 使腐植酸沉淀, 以 3 000 r/min 转速离心悬浮液 10 min (若溶液中仍有固体悬浮物, 需延长离心时间至固体悬浮物全部沉淀), 倾去上部清液。

4.5.4.2 过滤、沉淀

预先将中速定量滤纸和称量瓶在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥箱中干燥至恒重, 称重。然后将沉淀物完全转移到滤纸上进行洗涤过滤, 用 pH=1.0 的盐酸溶液 (4.5.2.3) 洗涤至滤液无色。

4.5.4.3 干燥、恒重

将沉淀物连同滤纸转移至称量瓶中, 于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥箱中干燥 2 h。取出称量瓶, 先在空气中冷却 2 min~3 min, 然后放入干燥器内冷却至室温 (约 20 min), 称量, 继续干燥 0.5 h, 直到质量变化不大于 0.001 g, 计算沉淀物的质量 (m_1)。

4.5.4.4 灼烧、灰化

将沉淀物连同滤纸移入已恒重并称量过的瓷坩埚内, 在通风橱中用可调电炉低温碳化, 开始温度不超过 100°C , 逐渐升温到 250°C ~ 300°C , 烧至无烟。

将烧至无烟的瓷坩埚移到箱式电阻炉内, 在 30 min 内缓慢升温至 500°C , 保持 0.5 h。继续升温至 $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$, 再灼烧 1 h。取出, 先在空气中冷却 5 min, 然后放入干燥器中冷却到室温 (约 20 min), 称量, 并计算沉淀物灼烧后灰分的质量 (m_2), 再进行 0.5 h 的检查性灼烧灰化试验, 直到减少的质量小于 0.001 g 或者质量开始增加时为止, 在后一种情况下用质量增加前的质量为计算依据。

4.5.5 分析结果的表述

腐植酸 (总腐植酸或可溶性腐植酸) 的质量分数 HA_{ar} (以应用基计), 数值以 % 表示, 按公式 (1) 计算:

$$\text{HA}_{\text{ar}} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times \frac{V}{V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——沉淀物的质量的数值, 单位为克 (g);

m_2 ——沉淀物灼烧后灰分的质量的数值, 单位为克 (g);

m ——试料的质量的数值, 单位为克 (g);

V ——试料溶液的总体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_1 ——测定时所取部分试料溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL)。

计算结果表示到小数点后 2 位, 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.5.6 允许差

平行测定结果及不同实验室测定结果的绝对差值应符合表 1 的规定。

表 1 腐植酸含量测定结果允许差

腐植酸含量/%	平行测定结果的绝对差值/%	不同实验室测定结果的绝对差值/%
<25	≤ 1.00	≤ 1.50
25~50	≤ 2.00	≤ 3.00
>50	≤ 3.00	≤ 4.00

4.6 腐植酸（总腐植酸或可溶性腐植酸）和黄腐酸含量的测定（容量法）

4.6.1 方法提要

在强酸性溶液中，用重铬酸钾将试料中的碳氧化成二氧化碳，过量的重铬酸钾用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，根据硫酸亚铁铵标准滴定溶液消耗量计算试料中总碳含量。再用酸沉淀腐植酸，溶于酸溶液中的上部清液即为黄腐酸溶液，然后在强酸性溶液中用重铬酸钾将黄腐酸中的碳氧化成二氧化碳，过量的重铬酸钾用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，根据硫酸亚铁铵标准滴定溶液消耗量和黄腐酸碳系数计算黄腐酸含量。用总碳含量减去黄腐酸碳含量即为腐植酸碳含量，从而计算出腐植酸含量。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 硫酸： $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

4.6.2.2 硫酸溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=4\text{ mol/L}$ 。

量取 110 mL 硫酸，将硫酸沿烧杯壁缓慢加入水中，并不断搅拌，冷却至室温后，定容至 1 000 mL。

4.6.2.3 pH=1.0 的硫酸溶液。

量取 2.72 mL 硫酸（4.6.2.1）放入烧杯，缓慢加水稀释，冷却后倒入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

4.6.2.4 邻菲罗啉-硫酸亚铁铵混合指示剂。

称取 1.5 g 邻菲罗啉及 1.0 g 硫酸亚铁铵，溶于 100 mL 水中，贮存于棕色瓶中。

4.6.2.5 重铬酸钾基准溶液： $c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)=0.1\text{ 000 mol/L}$ 。

将重铬酸钾（基准试剂）于 130 ℃ 烘干 3 h，在干燥器中冷却至室温，称取 4.903 6 g 于烧杯中，加水溶解，然后转移至 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

4.6.2.6 重铬酸钾溶液： $c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)=0.8\text{ mol/L}$ 。

称取 39.23 g 重铬酸钾，溶于 600 mL~800 mL 水中，加水稀释至 1 000 mL，贮于试剂瓶中，备用。

4.6.2.7 硫酸亚铁铵标准滴定溶液： $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]=0.1\text{ mol/L}$ 。

称取 40 g 六水硫酸亚铁铵，溶于适量的水中，加入 20 mL 浓硫酸（4.6.2.1），用水稀释至 1 000 mL，摇匀，装入棕色瓶中。放入两条洁净的铝片，以保持溶液浓度长期稳定，避免经常标定。

溶液的浓度按下述方法标定：

准确吸取 25.0 mL 重铬酸钾基准溶液（4.6.2.5）于 250 mL 锥形瓶中，加入 70 mL~80 mL 水，

小心加入 10 mL 硫酸 (4.6.2.1), 冷却后加入 3 滴邻菲罗啉-硫酸亚铁铵混合指示剂 (4.6.2.4), 用待标定的硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定, 直至溶液由橙色经亮绿色变为砖红色为终点。

硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度 $c(\text{Fe}^{2+})$, 数值以 mol/L 表示, 按公式 (2) 计算:

$$c(\text{Fe}^{2+}) = \frac{25.0}{V_2} \times 0.1 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_2 ——滴定消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

0.1——重铬酸钾基准溶液 (4.6.2.5) 的浓度的数值, 单位为摩尔每升 (mol/mL)。

4.6.3 仪器、设备

4.6.3.1 通常实验室仪器。

4.6.3.2 数显恒温水浴锅: 四孔或四孔以上, 控温精度 $(100 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 待测液的制备

准确移取 4.4.4.1 步骤得到的提取液 A 100 mL (V_1) 或 4.4.4.2 步骤得到的提取液 B 100 mL (V_3)。

其中一份直接用 250 mL (V_4) 容量瓶定容, 摇匀, 备用。此为待测液 A, 用于腐植酸和黄腐酸总碳量的测定。

另一份移到烧杯中, 加入适量硫酸 (4.6.2.1) 后, 再用硫酸溶液 (4.6.2.2) 调节试液 pH 至 1.0, 使腐植酸沉淀, 通过中速定量滤纸过滤于 250 mL (V_2) 容量瓶中, 用 pH=1.0 的硫酸溶液 (4.6.2.3) 洗涤沉淀至滤液无色, 定容, 摇匀, 备用。此为待测液 B, 用于黄腐酸碳量的测定。

4.6.4.2 氧化

准确移取 4.6.4.1 中待测液 A、待测液 B 各 10.0 mL (V_5) 于 2 个 250 mL 锥形瓶中, 分别加入 5.0 mL 0.8 mol/L 重铬酸钾溶液 (4.6.2.6), 然后缓慢加入 15 mL 硫酸 (4.6.2.1), 于沸水浴中加热氧化 30 min, 加热过程中摇动锥形瓶 2 次。

4.6.4.3 滴定

将氧化后的溶液从水浴中取下, 冷却至室温, 分别加入约 70 mL 水、3 滴邻菲罗啉-硫酸亚铁铵混合指示剂 (4.6.2.4), 用 0.1 mol/L 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 (4.6.2.7) 滴定, 溶液由橙色经绿色转变为砖红色为终点。若滴定试样所用硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积不足滴定空白所用体积的 1/3, 应减少称样量, 重新测定。记录待测液 A 消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积 (V_6)、待测液 B 消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积 (V_7)。

4.6.4.4 空白试验

除不加试料外, 按照上述步骤进行空白试验, 记录消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积 (V_0)。

4.6.5 分析结果的表述

4.6.5.1 黄腐酸含量的质量分数 FA_{ar} (以应用基计), 数值以 % 表示, 按公式 (3) 计算:

$$\text{FA}_{\text{ar}} = \frac{0.003 \times (V_7 - V_6) \times c(\text{Fe}^{2+})}{mk_1} \times \frac{V}{V_3} \times \frac{V_4}{V_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

0.003——与 1.00 mL 浓度为 1.000 mol/L 的硫酸亚铁铵标准滴定溶液相当的碳的质量的数值，单位为克 (g)；

V_7 ——滴定待测液 B (黄腐酸) 消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_6 ——滴定待测液 A 消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$c(\text{Fe}^{2+})$ ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m ——4.4.4.1 或 4.4.4.2 中试料 (或液体试料) 的质量的数值，单位为克 (g)；

k_1 ——矿物源黄腐酸的碳系数 ($k_1=0.50$)；

V ——4.4.4.1 或 4.4.4.2 中提取液的定容体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_3 ——4.6.4.1 中移取提取液 B 的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_4 ——4.6.4.1 中待测液 B 的定容体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_5 ——4.6.4.2 中吸取待测液 B 的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

计算结果表示到小数点后 2 位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.6.5.2 腐植酸 (总腐植酸或可溶性腐植酸) 含量的质量分数 HA_{ar} (以应用基计)，数值以 % 表示，按公式 (4) 计算：

$$\text{HA}_{\text{ar}} = \frac{0.003 \times (V_0 - V_7) c(\text{Fe}^{2+})}{mk_2} \times \frac{V}{V_3} \times \frac{V_4}{V_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

0.003——与 1.00 mL 浓度为 1.000 mol/L 的硫酸亚铁铵标准滴定溶液相当的碳的质量的数值，单位为克 (g)；

V_0 ——空白试验时消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_7 ——滴定待测液 B (黄腐酸) 消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$c(\text{Fe}^{2+})$ ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m ——4.4.4.1 或 4.4.4.2 中试料 (或液体试料) 的质量的数值，单位为克 (g)；

k_2 ——矿物源腐植酸碳系数 (风化煤 $k_2=0.64$ ，褐煤 $k_2=0.58$ ，泥炭 $k_2=0.51$)；

V ——4.4.4.1 或 4.4.4.2 中提取液的定容体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_3 ——4.6.4.1 中移取 4.4.4.1 提取液 A 或 4.4.4.2 提取液 B 的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_4 ——4.6.4.1 中待测液 A 或待测液 B 的定容体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_5 ——4.6.4.2 中吸取待测液 A 的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

计算结果表示到小数点后 2 位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.6.6 允许差

4.6.6.1 黄腐酸含量测定结果允许差

平行测定结果以及不同实验室测定结果的绝对差值应符合表 2 的规定。

表 2 黄腐酸含量测定结果允许差

黄腐酸含量/%	平行测定结果的绝对差值/%	不同实验室测定结果的绝对差值/%
<25	≤1.00	≤1.50
25~50	≤2.00	≤3.00
>50	≤3.00	≤4.00

4.6.6.2 腐植酸含量测定结果允许差

腐植酸含量测定结果允许差应符合表 1 的规定。

4.7 总氮含量的测定

按 GB/T 17767.1 的规定执行。

4.8 铵态氮含量的测定

按附录 A 的规定执行。

4.9 水分含量的测定

按 GB/T 8576—2010 的规定执行。

附 录 A
(规范性附录)
铵态氮含量的测定

A.1 方法提要

用氧化镁与试料复分解反应将铵态氮以氨的形态置换出来，用过量硫酸标准滴定溶液吸收，再以甲基红-亚甲基蓝混合指示液为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

A.2 试剂和材料

A.2.1 氧化镁：分析纯。

A.2.2 硫酸标准滴定溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.2.4 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

A.2.5 广范 pH 试纸。

A.2.6 真空硅胶。

A.3 仪器、设备

A.3.1 通常实验室仪器。

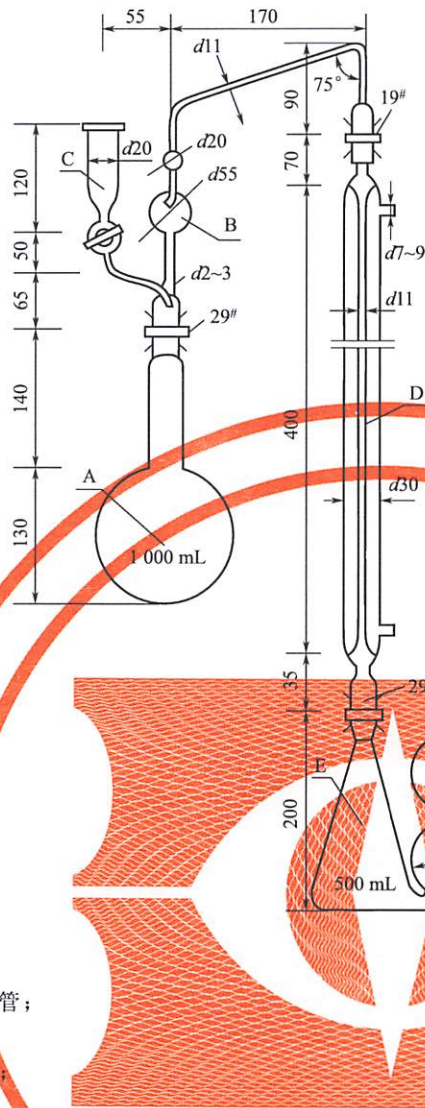
A.3.2 蒸馏仪器。

用带标准磨口的成套仪器或能保证定量蒸馏和吸收的任何仪器。

蒸馏仪器的各部件用橡皮塞和橡皮管连接，或是采用球形磨砂玻璃接头。为保证系统密封，球形玻璃接头应用弹簧夹子夹紧。

本标准推荐使用的蒸馏仪器如图 A.1 所示。

单位为毫米



说明：
A——蒸馏烧瓶；
B——单球防溅球管；
C——滴液漏斗；
D——直式冷凝器；
E——吸收瓶。

图 A. 1 蒸馏仪器示意图

A. 3. 3 固定装置用的铁架台与弹簧夹。

A. 3. 4 防爆沸石或防爆管（由一根 100 mm×5 mm 玻璃棒连接在一根 25 mm 聚乙烯管上）。

A. 4 分析步骤

A. 4. 1 一般说明

做两份试料的平行测定。

A. 4. 2 称量试样

称取固体腐植酸铵试料约 1.0 g（精确至 0.000 1 g）或称取液体腐植酸铵试料 2.0 g~5.0 g（精确至 0.000 1 g）于蒸馏烧瓶中。

A. 4. 3 蒸馏

加入 3 g 氧化镁和 400 mL 水及几粒防爆沸石或防爆管（A. 3. 4）于蒸馏烧瓶中，用滴定管放

40 mL 硫酸标准滴定溶液 (A. 2. 2) 于吸收瓶中。加水, 使溶液能封住双连球与瓶连接口。加入 4 滴~5 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液 (A. 2. 4), 用真空硅脂 (A. 2. 6) 涂抹仪器接口。按蒸馏装置图安装仪器, 并确保仪器所有部分密封。向滴液漏斗中加入 20 mL 水, 加热蒸馏, 直至吸收瓶中的蒸馏液收集量达到 250 mL 时, 把吸收瓶稍微移开, 用广范 pH 试纸 (A. 2. 5) 试验随后的蒸馏液为中性, 以确保全部氨完全蒸出。停止加热, 打开滴液漏斗, 拆下防溅球管, 用水冲洗冷凝管, 将洗涤液收集在吸收瓶中, 拆下吸收瓶。

A. 4. 4 滴定

将吸收瓶中的溶液混匀, 用氢氧化钠标准滴定溶液 (A. 2. 3) 回滴过量的硫酸标准滴定溶液, 直至指示剂呈灰绿色为终点, 记录消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积 (V_1)。

A. 4. 5 空白试验

除不加试料外, 按照上述步骤进行空白试验, 记录空白消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积 (V_0)。

A. 5 分析结果的表述

铵态氮的质量分数 $\text{NH}_4^+ - \text{N}$, 数值以 % 表示, 按公式 (A. 1) 计算:

$$\text{NH}_4^+ - \text{N} = \frac{(V_0 - V_1)c(\text{OH}^-) \times 0.014\ 01}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A. 1})$$

式中:

V_0 ——测定空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_1 ——测定试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

$c(\text{OH}^-)$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

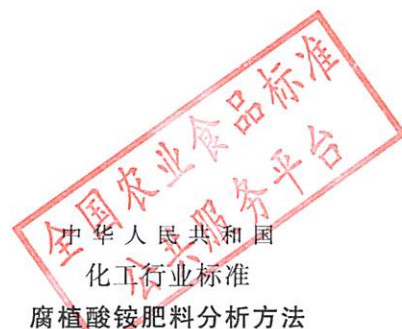
0.014 01——氮的毫摩尔质量的数值, 单位为克每毫摩尔 (g/mmol);

m ——试料的质量的数值, 单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后 2 位, 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A. 6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。



中华人民共和国
化工行业标准
腐植酸铵肥料分析方法

HG/T 3276—2019

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）

北京科印技术咨询服务公司顺义区数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张1¼ 字数26千字

2020年6月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2718

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：22.00元

版权所有 违者必究