

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5602~5604—2019

矿物源腐植酸有机肥料、 餐厨废弃物生产肥料中生物腐植酸 含量测定方法和硝基腐植酸 (2019)

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



目 录

HG/T 5602—2019	矿物源腐植酸有机肥料	(1)
HG/T 5603—2019	餐厨废弃物生产肥料中生物腐植酸含量测定方法	(11)
HG/T 5604—2019	硝基腐植酸	(23)

ICS 65.080
G 21

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5604—2019

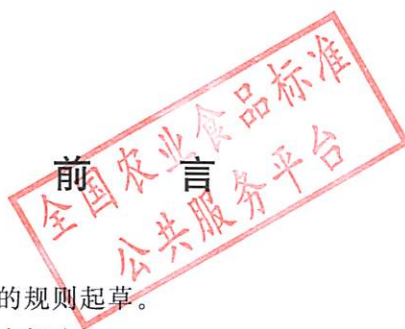
硝基腐植酸

Nitro humic acid

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



本标准按照 GB/T 1.1—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：新疆黑色生态科技股份有限公司、中国科学院山西煤炭化学研究所、中向旭曜科技有限公司、金正大生态工程集团股份有限公司、辽宁普天科技有限公司、艾索标准化服务（山东）有限公司、上海化工院检测有限公司。

本标准主要起草人：武丽萍、孙好文、谭钧、史俊艳、曹洪宇、李玲、王福江、蒋晨义、刘文璐、纪小辉、刘涛、蒋凯、徐桐桐。

硝基腐植酸

1 范围

本标准规定了硝基腐植酸的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于以泥炭、褐煤、风化煤为原料与硝酸反应制得的硝基腐植酸。

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 191 包装储运图示标志

GB/T 212 煤的工业分析方法

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8569 固体化学肥料包装

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

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB/T 24891 复混肥料粒度的测定

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

HG/T 3276—2019 腐植酸铵肥料分析方法

HG/T 3278 腐植酸钠

NY 525 有机肥料

NY/T 1978 肥料 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

硝基腐植酸 nitro humic acid

矿物源腐植酸原料（粉剂）与硝酸反应得到的产品。

3.2

腐植酸和黄腐酸总量 humic acid and fulvic acid

用1%氢氧化钠溶液溶解硝基腐植酸或硝基腐植酸盐产品后测定不溶物的质量，同时以灼烧残渣进行校正，所获得的有机组分质量分数即为腐植酸和黄腐酸总量。

3.3

阳离子交换容量 cation exchange capacity

即 C. E. C.，或称中和当量 (base exchange capacity)，是对腐植酸与所有交换性阳离子进行吸附交换能力的一种度量，通常以每千克腐植酸样品所吸附交换的 K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Al^{3+} 等全部交换性阳离子的厘摩尔数表示。在本标准中主要指硝基腐植酸具有的吸附和交换阳离子的能力。

4 要求

4.1 外观：黑褐色粉状或颗粒，无机械杂质，无臭味。

4.2 硝基腐植酸的技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 硝基腐植酸的要求

项 目			指 标	
			I 型	II 型
腐植酸和黄腐酸总量的质量分数（以干基计）/%	≥		65	55
阳离子交换容量（C. E. C.）（以干基计）/（cmol/kg）	≥		300	250
总氮含量的质量分数（以干基计）/%	≥		2.5	
硝态氮含量的质量分数（以干基计）/%	≥		1.5	
水分（H ₂ O）的质量分数（以收到基计）/%	≤		15	
游离硝酸含量的质量分数（以干基计）/%	≤		0.5	
pH 值			2.0~4.0	
粒度	粉状 0.5 mm 筛余物的质量分数/%	≤	5	
	粒状（2.00 mm~4.75 mm）质量分数/%	≥	80	

4.3 汞、砷、镉、铅、铬的限值指标应符合表 2 的要求。

表 2 硝基腐植酸中汞、砷、镉、铅、铬的限值要求

项 目	指 标
汞及其化合物的质量分数（以 Hg 计）/（mg/kg）	≤ 1
砷及其化合物的质量分数（以 As 计）/（mg/kg）	≤ 15
镉及其化合物的质量分数（以 Cd 计）/（mg/kg）	≤ 3
铅及其化合物的质量分数（以 Pb 计）/（mg/kg）	≤ 50
铬及其化合物的质量分数（以 Cr 计）/（mg/kg）	≤ 50

5 试验方法

5.1 警告

试剂中的硫酸、硫酸溶液、盐酸、盐酸溶液和氢氧化钠溶液具有腐蚀性，相关操作应在通风橱内进行。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。

5.2 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。

除粒度外，其余项目均做两份试料的平行测定。

5.3 外观

目测法、鼻嗅测定。

5.4 腐植酸和黄腐酸总量的测定

按附录 A 的规定执行。

5.5 阳离子交换容量 (C. E. C.) 的测定

按附录 B 的规定执行。

5.6 总氮含量的测定

按 GB/T 17767.1 的规定执行。

5.7 硝态氮含量的测定

按附录 C 的规定执行。

5.8 水分的测定

按 GB/T 212 的规定执行。

5.9 游离硝酸含量的测定

按附录 D 或附录 E 的规定执行，附录 E 为仲裁法。

5.10 pH 值的测定

按 NY 525 的规定执行。

5.11 粒度的测定

粉状产品，按 HG/T 3278 的规定执行。

粒状产品，按 GB/T 24891 的规定执行，选用孔径 2.00 mm~4.75 mm 的筛子。

5.12 汞、砷、镉、铅、铬含量的测定

按 NY/T 1978 的规定执行。

6 检验规则

6.1 产品的检验及判定

6.1.1 产品由企业质监部门进行检验，生产企业应保证所有的销售产品均符合本标准的要求。每批产品应附有产品合格证或质量证明书，其内容按标识规定执行。

6.1.2 生产企业进行出厂检验时，如有不合格项目，应重新在同批产品中取 2 倍量的包装袋抽样进行复检。复检结果全部符合本标准的要求时，产品判为合格。如仍有不合格项目，则产品判为不合格。

6.1.3 型式检验项目全部符合要求时，判该批产品合格。

6.2 出厂检验

6.2.1 产品按批检验，以一次配料为一批，最大批量为 100 t。

6.2.2 出厂检验项目为 4.1 和 4.2 的要求。

6.3 型式检验

型式检验项目为第 4 章的要求。

在有下列情况之一时，应进行型式检验：

- 新产品或者产品转厂生产的试制定型鉴定时；
- 正式生产后，如原材料、工艺有较大改变，可能影响产品质量指标时；
- 停产 6 个月后，重新恢复生产时；
- 正常生产，应按周期进行型式检验，每 6 个月至少进行 1 次型式检验；
- 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

6.4 采样方案

6.4.1 袋装产品

采样批不超过 512 袋时，按表 3 确定采样袋数；采样批大于 512 袋时，按公式（1）计算结果确定最少采样袋数，如遇小数则进位为整数。

$$n=3\sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

n ——最少采样袋数；

N ——每批产品总袋数。

按表 3 或公式（1）计算结果随机抽取一定袋数，用采样器沿每袋最长的对角线插入至袋的 3/4 处，每袋取出不少于 100 g 样品，每批采取总样品量不少于 2 kg。

表 3 采样袋数的确定

总袋数	最少采样袋数	总袋数	最少采样袋数
1~10	全部	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

6.4.2 散装产品

按 GB/T 6679 的规定执行。

6.5 样品缩分及制备

6.5.1 样品缩分

将采取的样品迅速混匀，用缩分器或四分法将样品缩分至约 1 kg，再缩分成两份，分装于两个洁净、干燥的 500 mL 具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中（生产企业质检部门可用洁净、干燥的塑料自封袋盛装样品），密封并贴上标签，注明生产企业名称、产品名称、批号或生产日期、取样日期和取样人姓名。一瓶做产品质量分析用；另一瓶保存 2 个月，以备查用。

6.5.2 样品制备

由 6.5.1 中取一瓶样品，经缩分后取出约 100 g 样品，风干，研磨至全部通过 0.2 mm 孔径试验筛子，混匀，置于洁净、干燥的瓶中，做成分分析。余下样品供粒度测定用。

6.6 质量指标合格的判断

采用 GB/T 8170 中的“修约值比较法”进行质量指标合格的判断。

7 标识

7.1 产品包装容器正面应标明生产或经营企业名称、产品名称、本标准编号、生产日期，同时标明腐植酸和黄腐酸总量、阳离子交换容量、总氮含量、硝态氮含量、净含量。

7.2 每袋净含量应标明单一数值，如 40 kg、25 kg 或 10 kg 等。其余应符合 GB 18382 的规定。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品包装按 GB/T 8569 的规定执行。包装规格为 40 kg、25 kg 或 10 kg，每袋净含量允许范围分别为 (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 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，以双方合同规定为准。

8.2 产品应贮存于场地平整、阴凉、干燥处，运输过程中应防潮、防晒、防破损，警示说明按 GB/T 191 的规定执行。

附 录 A
(规范性附录)
腐植酸和黄腐酸总量的测定
残 渣 法

A.1 方法提要

用 1% 氢氧化钠溶液抽提样品，将不溶物离心、过滤、水洗、干燥，然后用灼烧残渣校正，最后计算获得的有机物组分的质量分数，即为腐植酸和黄腐酸总量。

A.2 试剂

氢氧化钠溶液： $w(\text{NaOH})=1\%$ 。

称取 10 g 分析纯氢氧化钠 (NaOH)，放入烧杯中，加入蒸馏水溶解，冷却，加水定容至 1 L。

A.3 仪器设备

A.3.1 分析天平：感量 0.000 1 g。

A.3.2 恒温水浴锅：控温精度 $(100\pm 2)^\circ\text{C}$ 。

A.3.3 恒温干燥箱：温度能控制在 $(110\pm 5)^\circ\text{C}$ 。

A.3.4 离心机：最低转速 2 000 r/min，离心杯容积大于 400 mL。

A.3.5 马弗炉：控温精度 $(815\pm 10)^\circ\text{C}$ 。

A.3.6 定量滤纸：直径 18 cm。

A.3.7 带磨口塞的称量瓶：直径 50 mm，高 30 mm。

A.3.8 圆底瓷坩埚：50 mL。

A.4 试验步骤

A.4.1 溶解

称取分析样品 0.5 g~1.0 g (m ，精确至 0.000 2 g) 于 250 mL 三角瓶中，加入 100 mL 氢氧化钠溶液，摇动使样品润湿。在锥形瓶口盖一小漏斗，置于沸水浴中，加热抽提 2 h，每隔 20 min 摇动一次，使样品均匀抽提。同时做空白实验，洗涤次数和洗涤水量应尽量保持一致。

A.4.2 离心、过滤

取出锥形瓶，冷却到室温，抽提液在 3 000 r/min~3 500 r/min 转速下离心 30 min。将离心清液转移至已预先在 105℃~110℃ 下干燥至恒重的慢速定量滤纸上，离心残渣再加入 50 mL 水，搅匀，在 3 000 r/min~3 500 r/min 转速下离心 30 min。按上述水洗步骤水洗残渣 3 次，切勿穿滤。最后将

残渣转移至滤纸上，用水洗涤至中性。

A.4.3 干燥、恒重

将沉淀物连同滤纸移至称量瓶中，置于 105℃~110℃干燥箱中，干燥 2 h。取出，先在空气中冷却 2 min~3 min，然后放入干燥器中，冷却至室温（约 20 min），称量。进行检查性干燥，直至连续两次的差值不大于 0.001 g，计算质量（ m_3 ），同时称得空白的质量（ m_1 ）。

A.4.4 灼烧

将 A.4.3 干燥恒重过的沉淀物连同滤纸移入恒重并称量过的圆底瓷坩埚（A.3.8）中，置于马弗炉内，炉门留有 15 mm~20 mm 的缝隙。从室温升到 250℃~300℃缓慢灰化，灰化后关闭炉门，在（815±10）℃下灼烧 1 h。从马弗炉中取出坩埚，在空气中冷却 5 min。再放入干燥器中，冷却至室温（约 20 min），称量。进行检查性灼烧，直至连续两次的差值不大于 0.001 g，计算沉淀物的灼烧残渣的质量（ m_4 ）及空白灼烧残渣的质量（ m_2 ）。

A.4.5 灰分含量的测定

按 GB/T 212 的规定执行。

A.5 分析结果的表述

腐植酸和黄腐酸总量的质量分数（HA+FA）_d（以干基计），数值以%表示，按公式（A.1）计算：

$$(\text{HA} + \text{FA})_d = \frac{\{[m - (m_3 - m_4) - (m_1 - m_2)]/m\} \times 100 - M_{\text{ad}} - A_{\text{ad}}}{1 - (M_{\text{ad}}/100)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

m_3 ——沉淀物干燥后的质量的数值，单位为克（g）；

m_4 ——沉淀物灼烧残渣的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——空白滤纸干燥后的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——空白滤纸灼烧残渣的质量的数值，单位为克（g）；

M_{ad} ——分析样品的水分，以%表示；

A_{ad} ——分析样品的灰分，以%表示。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后 1 位。

A.6 允许差

平行测定结果以及不同实验室测定结果的相对差值应符合表 A.1 的要求。

表 A.1 腐植酸和黄腐酸总量测定结果允许差

（HA+FA） _d / %	同一实验室 d / %	不同实验室 d / %
<40	1.0	1.5
≥40	1.5	2.0

附录 B

(规范性附录)

阳离子交换容量 (C. E. C.) 的测定

盐酸回滴法

B.1 方法提要

腐植酸分子中的酸性官能团特别是羧基具有较大的交换容量和较快的交换速度,因此酸性官能团是腐植酸具有交换能力的主要因素。硝酸与腐植酸的反应极大增加了腐植酸的含氧官能团。腐植酸与硝基腐植酸交换容量的测定就是要检测酸性官能团的交换量,因此采用氢氧化钠直接反应盐酸回滴的方法是更为适宜的。

样品与过量氢氧化钠溶液充分反应,再用盐酸标准溶液回滴过剩的氢氧化钠,滴定终点为 $\text{pH} = 8.4$,根据碱与酸消耗量的差值计算出样品的阳离子交换容量 (C. E. C.)。

B.2 试剂

B.2.1 乙醇:化学纯。

B.2.2 氢氧化钠:分析纯。

B.2.3 酚酞:分析纯。

B.2.4 酚酞指示液: $\rho(\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4) = 10 \text{ g/L}$ 。

称取 1.0 g 酚酞 (B.2.3),溶于乙醇,用乙醇稀释至 100 mL。

B.2.5 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

称取 40 g 氢氧化钠 (B.2.2),溶于 1 000 mL 煮沸过的无二氧化碳的蒸馏水中。

标定方法:用玛瑙研钵将 10 g~20 g 基准邻苯二甲酸氢钾 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) 研碎至粉状,置 120°C 干燥箱内干燥 2 h,在干燥器内冷却。

准确称取干燥过的基准邻苯二甲酸氢钾 0.90 g~1.00 g (精确至 0.000 1 g),置 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 不含二氧化碳的蒸馏水,振摇使之完全溶解,加入 2 滴酚酞指示液 (B.2.4),用待标定溶液滴定使溶液由无色至浅红色为终点。同时进行空白测定。

氢氧化钠标准溶液的浓度 $c(\text{NaOH})$,数值以摩尔每升 (mol/L) 表示,按公式 (B.1) 计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.2042} \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量的数值,单位为克 (g);

V_1 ——滴定消耗的氢氧化钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);

V_2 ——空白消耗的氢氧化钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);

0.2042——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的邻苯二甲酸氢钾的质量的数值,单位为克每毫摩尔 (g/mmol)。

B.2.6 盐酸:分析纯。

B.2.7 无水碳酸钠：分析纯。

B.2.8 甲基橙：分析纯。

B.2.9 甲基红指示液：1 g/L。

称取 0.10 g 甲基红，溶于乙醇，用乙醇稀释至 100 mL。

B.2.10 盐酸标准溶液： $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

取 8.3 mL 相对密度为 1.19 的分析纯盐酸，用水稀释至 1 000 mL，摇匀标定。

标定方法：准确称量已在 250 °C 干燥过 4 h 的基准无水碳酸钠 0.22 g（精确至 0.001 g），置于 250 mL 锥形瓶中，加入 50 mL 水溶解，再加入 2 滴甲基红指示液，用盐酸标准溶液滴定至红色刚出现，小心煮沸溶液至红色褪去，冷却至室温，继续滴定、煮沸、冷却，直至刚出现的微红色再加热时不褪色为止。同时进行空白测定。

盐酸标准溶液的浓度 $c(\text{HCl})$ ，数值以摩尔每升（mol/L）表示，按公式（B.2）计算：

$$c(\text{HCl}) = \frac{m}{(V_3 - V_4) \times 0.05299} \quad \dots\dots\dots (\text{B.2})$$

式中：

m ——无水碳酸钠的质量的数值，单位为克（g）；

V_3 ——滴定无水碳酸钠消耗盐酸标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_4 ——滴定空白消耗盐酸标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

0.05299——与 1.00 mL 盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的无水碳酸钠的质量的数值，单位为克每毫摩尔（g/mmol）。

B.3 仪器设备

B.3.1 分析天平：感量 0.000 1 g。

B.3.2 自动电位滴定仪：分辨率 0.01 pH，测定范围 0 pH~14 pH。

B.4 分析步骤

准确称取分析样品 0.5 g（精确至 0.000 2 g）于 100 mL 烧杯中，加几滴乙醇使样品润湿，然后加入 10 mL 蒸馏水，将烧杯置于自动电位滴定仪上，在电磁搅拌下用移液管加入 25 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液（B.2.5），使之充分溶解（约 1h），过剩的氢氧化钠用 0.1 mol/L 盐酸标准溶液（B.2.10）回滴，终点 pH=8.4，记录氢氧化钠标准溶液用量（ V_5 ）及盐酸标准溶液消耗量（ V_6 ），计算样品的阳离子交换容量。同时做空白实验。

B.5 分析结果的表述

阳离子交换容量 $[\text{C.E.C.}]_d$ （以干基计），数值以厘摩尔每千克（cmol/kg）表示，按公式（B.3）计算：

$$[\text{C.E.C.}]_d = \frac{[c(\text{NaOH})V_5 - c(\text{HCl})(V_6 - V_0)] \times 10 \times 1000}{m \times (100 - M_{ad})} \quad \dots\dots\dots (\text{B.3})$$

式中：

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

- V_5 ——样品溶液中加入氢氧化钠标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- $c(\text{HCl})$ ——盐酸标准溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
- V_6 ——滴定样品消耗盐酸标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- V_0 ——滴定空白消耗盐酸标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- 10——将 mmol 换算成 cmol 的倍数；
- 1 000——换算成每千克中的 cmol；
- m ——试样的质量的数值，单位为克（g）；
- M_{ad} ——分析样品的水分含量，以 % 表示。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后 1 位。

B.6 允许差

平行测定结果以及不同实验室测定结果的相对差值应符合表 B.1 的要求。

表 B.1 阳离子交换容量（C. E. C.）测定结果允许差

同一实验室 $d/(\text{cmol/kg})$	不同实验室 $d/(\text{cmol/kg})$
15	25

附 录 C

(规范性附录)

硝态氮含量的测定

德瓦达合金还原蒸馏滴定法

C.1 方法提要

样品中的硝态氮被德瓦达合金还原成氨，加碱蒸馏出氨被硼酸吸收，用盐酸标准溶液滴定，根据盐酸标准溶液消耗量计算出速效氮的含量，同时测定并扣除铵态氮含量，由此折算得到样品中硝态氮含量。

C.2 试剂

C.2.1 德瓦达合金（铜铝锌合金，质量配比为 50 : 5 : 45）：分析纯。

C.2.2 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH})=400\text{ g/L}$ 。

称取 400 g 分析纯氢氧化钠，溶于煮沸过的无二氧化碳的蒸馏水，并定容至 1 L。

C.2.3 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH})=4\text{ g/L}$ 。

称取 4 g 分析纯氢氧化钠，溶于煮沸过的无二氧化碳的蒸馏水，并定容至 1 L。

C.2.4 硼酸溶液： $\rho(\text{H}_3\text{BO}_4)=20\text{ g/L}$ 。

称取 20 g 硼酸，溶于少量水，溶解并稀释到 1 L，加热溶解，滤去不溶物，保存。

C.2.5 盐酸标准溶液： $c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$ 。

按附录 B 中 B.2.10 的规定执行。

C.2.6 溴甲酚绿指示液： $\rho(\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S})=1\text{ g/L}$ 。

称取 0.10 g 分析纯溴甲酚绿，溶解于 6 mL 氢氧化钠溶液（4 g/L）和 5 mL 乙醇，用水稀释至 100 mL，摇匀。

C.2.7 甲基红指示液： $\rho(\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2)=1\text{ g/L}$ 。

称取 0.10 g 分析纯甲基红，溶于乙醇，用乙醇稀释至 100 mL，摇匀。

C.2.8 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂。

3 份体积溴甲酚绿指示液（1 g/L）与 1 份体积甲基红指示液（1 g/L）混合，摇匀，贮存于棕色瓶中。

C.3 仪器设备

C.3.1 通用的实验室仪器。

C.3.2 定氮蒸馏仪或蒸馏装置。

C.4 试验步骤

精确称取分析样品 0.5 g (m ，精确至 0.000 2 g)，放入 1 000 mL 长颈蒸馏烧瓶中，加入 400 mL 蒸馏水，加入 1 g 德瓦达合金和少许石蜡，吸收瓶中加入 40 mL 20 g/L 硼酸溶液 (C.2.4) 和 3 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂 (C.2.8)，用硅脂涂抹定氮蒸馏仪接口，装好蒸馏装置，从蒸馏瓶上方旁通管内加入 10 mL 400 g/L 氢氧化钠溶液 (C.2.2)，用少许水冲洗管路并水封，待剧烈反应 5 min 后开始蒸馏，蒸馏至吸收液体积达到 150 mL，取下吸收瓶，用 0.1 mol/L 盐酸标准溶液 (C.2.5) 滴定溶液，使溶液由绿色变为酒红色即达到滴定终点，根据盐酸标准溶液消耗量 (V_7) 计算硝态氮含量。同时做空白测定，记录空白消耗的盐酸标准溶液的体积 (V_8)。

C.5 铵态氮含量测定

测定样品中铵态氮含量 $(\text{NH}_4^+-\text{N})_{\text{ad}}$ ，测定方法按照 HG/T 3276—2019 附录 A 的规定执行。

C.6 分析结果的表述

硝态氮含量的质量分数 $(\text{NO}_3^--\text{N})_{\text{d}}$ (以干基计)，数值以 % 表示，按公式 (C.1) 计算：

$$(\text{NO}_3^--\text{N})_{\text{d}} = \frac{c(\text{HCl})(V_7 - V_8) \times 0.014 \times 100}{m \times (100 - M_{\text{ad}})} - \frac{(\text{NH}_4^+-\text{N})_{\text{ad}} \times 100}{100 - M_{\text{ad}}} \quad \text{..... (C.1)}$$

式中：

- $c(\text{HCl})$ ——盐酸标准溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；
- V_7 ——滴定样品消耗的盐酸标准溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- V_8 ——滴定空白消耗的盐酸标准溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- 0.014——氮的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔 (g/mmol)；
- m ——称取样品的质量的数值，单位为克 (g)；
- M_{ad} ——分析样品的水分含量，以 % 表示。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后 1 位。

C.7 允许差

平行测定结果以及不同实验室测定结果的相对差值应符合表 C.1 的要求。

表 C.1 硝态氮含量测定结果允许差

同一实验室 $d/\%$	不同实验室 $d/\%$
0.1	0.2

附 录 D
(规范性附录)
游离硝酸含量的测定
氢氧化钠直接滴定法
(快速法)

D.1 方法提要

样品中的游离硝酸用水溶解、定容并过滤，滤液用氢氧化钠标准溶液滴定，根据滴定至 $\text{pH}=7$ 时消耗氢氧化钠标准溶液的量计算样品中游离硝酸含量。

D.2 试剂

D.2.1 乙醇：化学纯。

D.2.2 氢氧化钠：分析纯。

D.2.3 酚酞：分析纯。

D.2.4 酚酞指示液： $\rho(\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4)=10\text{ g/L}$ 。

称取 1.0 g 酚酞 (B.2.3)，溶于乙醇，用乙醇稀释至 100 mL。

D.2.5 氢氧化钠标准溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

按附录 B 中 B.2.5 的规定执行。

D.3 仪器设备

D.3.1 分析天平：感量 0.000 1 g。

D.3.2 自动电位滴定仪：分辨率 0.01 pH，测量范围 0 pH~14 pH。

D.3.3 水平往复振荡器：振幅 20 mm，无级调速 0 次/min~300 次/min。

D.4 试验步骤

准确称取分析样品 5 g (m ，精确至 0.000 2 g) 于 300 mL 三角瓶中，加入 100 mL 蒸馏水，摇匀。置于水平往复振荡器上振荡 30 min，使游离硝酸溶解于水中。将振荡液用水转移至 200 mL 容量瓶中，定容，摇匀，待用。

用中速定性滤纸干过滤，弃去初始的 10 mL 滤液。准确吸取 50 mL 滤液，置于 250 mL 烧杯中。将烧杯置于自动电位滴定仪上，在电磁搅拌下滴加 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液 (D.2.5) 至 $\text{pH}=7$ 时为终点，记录氢氧化钠标准溶液的消耗量 (V_9)。同时做空白测定，记录空白消耗的氢氧化钠标准溶液的体积 (V_{10})。

D.5 分析结果的表述

游离硝酸含量的质量分数 ($\text{HNO}_{3,d}$) (以干基计), 数值以%表示, 按公式 (D.1) 计算:

$$\text{HNO}_{3,d} = \frac{c(\text{NaOH})(V_9 - V_{10}) \times 0.063\,01 \times 100}{(m \times 50/200) \times (100 - M_{ad})} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{D.1})$$

式中:

- $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准溶液的浓度的数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);
- V_9 ——滴定样品消耗的氢氧化钠标准溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- V_{10} ——滴定空白消耗的氢氧化钠标准溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- 0.063 01——硝酸的毫摩尔质量的数值, 单位为克每毫摩尔 (g/mmol);
- m ——称取样品的质量的数值, 单位为克 (g);
- 50——分取的待滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- 200——待滴定溶液的总体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- M_{ad} ——分析样品的水分含量, 以%表示。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 结果保留到小数点后 1 位。

D.6 允许差

平行测定结果以及不同实验室测定结果的相对差值应符合表 D.1 的要求。

表 D.1 游离硝酸含量的测定结果允许差

同一实验室 $d/\%$	不同实验室 $d/\%$
0.1	0.2

附 录 E
(规范性附录)
游离硝酸含量的测定
水溶滤液定氮法
(仲裁法)

E.1 方法提要

样品中的游离硝酸用水溶解、定容并过滤，滤液用德瓦达合金还原蒸馏测定，根据滤液中硝态氮含量计算样品中游离硝酸含量。

E.2 试剂

同附录 C。

E.3 仪器设备

E.3.1 分析天平：感量 0.000 1 g。

E.3.2 水平往复振荡器：振幅 20 mm，无级调速 0 次/min~300 次/min。

E.3.3 定氮装置或蒸馏装置。

E.4 试验步骤

准确称取分析样品 5 g (m ，精确至 0.000 2 g) 于 300 mL 三角瓶中，加入 100 mL 蒸馏水，摇匀。置于水平往复振荡器上振荡 30 min，使游离硝酸溶解于水中。将振荡液用水转移至 200 mL 容量瓶中，定容，摇匀，待用。

用中速定性滤纸干过滤，弃去初始的 10 mL 滤液。准确吸取 50 mL 滤液，放入 1 000 mL 长颈烧瓶中，按照附录 C 中 C.4 步骤操作，得到滤液中的硝态氮含量。同时按照 HG/T 3276—2019 附录 A 的规定测定滤液中铵态氮含量。

E.5 分析结果的表述

游离硝酸含量的质量分数 ($\text{HNO}_{3,\text{d}}$)，数值以 % 表示，按公式 (E.1) 计算：

$$\text{HNO}_{3,\text{d}} = \frac{(\text{NO}_3^- - \text{N})_{\text{d}} \times 0.063\ 01}{0.014} \dots\dots\dots (\text{E.1})$$

式中：

$(\text{NO}_3^- - \text{N})_{\text{d}}$ ——按附录 C 方法测定得到的滤液中的硝态氮含量，以 % 表示；

0.063 01——硝酸的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔 (g/mmol)；

0.014——氮的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔 (g/mmol)。

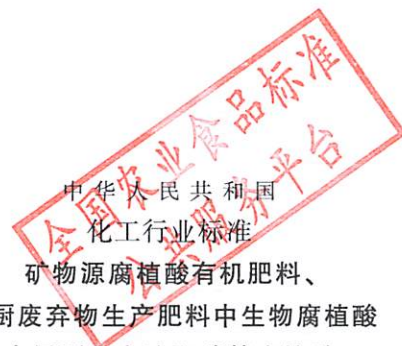
取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后 1 位。

E.6 允许差

平行测定结果以及不同实验室测定结果的相对差值应符合表 E.1 的要求。

表 E.1 游离硝酸含量的测定结果允许差

同一实验室 $d/\%$	不同实验室 $d/\%$
0.1	0.2



中华人民共和国
化工行业标准
矿物源腐植酸有机肥料、
餐厨废弃物生产肥料中生物腐植酸
含量测定方法和硝基腐植酸
(2019)

HG/T 5602~5604—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3 字数73千字

2020年6月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2692

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：42.00元

版权所有 违者必究