



中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3278—2018
代替 HG/T 3278-2011

腐植酸钠

Sodium humate

2018-10-22 发布

2019-04-01 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 3278-2011《农业用腐植酸钠》，与HG/T 3278-2011相比主要技术变化如下：

——标准名称“农业用腐植酸钠”改为“腐植酸钠”。

——增加了“腐植酸钠”术语和定义（见3.1）；修改了“腐植酸”（见3.2，2011年版的3.1）和“可溶性腐植酸”（见3.3，2011年版的3.7）定义；删除了“有机矿物源腐植酸”（见2011年版的3.2）、“非矿物源生物质腐植酸”（见2011年版的3.3）、“黑腐酸”（见2011年版的3.4）、“棕腐酸”（见2011年版的3.5）、“黄腐酸”（见2011年版的3.6）和“水溶性腐植酸”（见2011年版的3.8）。

——修改了“表 1”（见4.2，2011年版的4.2）；增加了砷、镉、铅、铬、汞的限量要求。

——“可溶性腐植酸含量”测定方法由“差值容量法”（见2011年版的5.2）修改为“重量法”（见5.2）；删除了“残渣法”（见2011年版的5.3）；删除了“灰分的测定”（见2011年版的5.6）；增加了“砷、镉、铅、铬、汞的含量”的测定方法。

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、中国科学院山西煤炭化学研究所、新疆双龙腐植酸有限公司、山东创新腐植酸科技股份有限公司、沈阳农业大学。

本标准主要起草人：曹洪宇、邹德乙、武丽萍、纪小辉、田洪燕、蒋晨义、孙福军、王春花、陶晓丹。

本标准于1987年12月首次发布，2011年12月第一次修订，本次为第二次修订。

腐植酸钠

1 范围

本标准规定了腐植酸钠的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。本标准适用于以风化煤、褐煤和泥炭为原料，在一定条件下与氢氧化钠反应而制得的腐植酸钠。

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 191 包装储运图示标志

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 18382 肥料标识 内容和要求

GB/T 23349 肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

腐植酸钠 sodium humate

以风化煤、褐煤、泥炭等矿源为原料，在一定条件下与氢氧化钠反应制成的产品。

3.2

腐植酸 humic acid

腐殖物质（也称为腐植酸类物质）中分子量较大，具有芳香族、脂肪族及多种官能团结构特征的，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。

3.3

可溶性腐植酸 soluble humic acid

矿物源腐植酸肥料和腐植酸盐产品在水溶液中呈离子态的腐植酸。可溶性腐植酸是衡量腐植酸肥料和腐植酸盐产品的主要质量指标。

4 要求

4.1 外观：均匀的黑色、黑褐色颗粒或粉末。

4.2 腐植酸钠产品应符合表 1 的要求。

表1 腐植酸钠的质量技术指标要求

项 目	指 标			
	优级品	一级品	二级品	三级品
可溶性腐植酸含量（以干基计），% </				

4.3 砷、镉、铅、铬、汞的限量应符合表 2 的要求。

表2 腐植酸钠中砷、镉、铅、铬、汞限量要求

项 目	指 标
砷及其化合物的质量分数（以As计）/%	≤ 0.0050
镉及其化合物的质量分数（以Cd计）/%	≤ 0.0010
铅及其化合物的质量分数（以Pd计）/%	≤ 0.0200
铬及其化合物的质量分数（以Cr计）/%	≤ 0.0500
汞及其化合物的质量分数（以Hg计）/%	≤ 0.0005

5 试验方法

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之规定。

5.1 外观

目测。

5.2 可溶性腐植酸含量（重量法）

5.2.1 方法提要

在一定温度下用水提取腐植酸钠中的可溶性腐植酸盐，然后用一定量的酸将抽提液酸化到pH值为1后，用恒重的中速定量滤纸过滤，再用pH为1的盐酸溶液多次洗涤沉淀至滤液无色，将沉淀在干燥箱中干燥至恒重，称重后减掉灰化后的灰分，计算可溶性腐植酸含量。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 盐酸：ρ =1.18 g/mL。

5.2.2.2 盐酸溶液：c(HCl)=2.0 mol/L。

量取 166 mL 盐酸，将盐酸沿烧杯壁缓慢加入水中，并不断搅拌，冷却室温后定容至 1 000 mL。

5.2.2.3 pH=1 的盐酸洗液

烧杯中加入一定量的实验室用水，滴加 $c(\text{HCl})=2.0\text{ mol/L}$ 盐酸溶液，用pH计测定其溶液pH值，直至pH为1，装入洗瓶中待用。

5.2.3 仪器

5.2.3.1 通常实验室仪器。

5.2.3.2 电热恒温干燥箱：温度可控制在 $(110\pm5)\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.2.3.3 分析天平，精度 $0.000\text{ }1\text{ g}$ 。

5.2.3.4 pH计，精度 0.01 。

5.2.3.5 可调电炉，温度适用范围在室温 $\sim 400\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.2.3.6 箱式电阻炉：额定温度 $1\text{ }200\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 试样的制备

将腐植酸钠样品经多次缩分，取约 200 g 样品，将其研磨（粉碎）至全部过 0.2 mm 孔径试验筛，置于洁净、干燥的样品瓶中，于室温条件下保存。

5.2.4.2 提取

称取固体试样 1.0 g （精确至 $0.000\text{ }1\text{ g}$ ），于 300 mL 锥形瓶中，加蒸馏水 100 mL ，摇动使样品润湿，并于锥形瓶口加小漏斗，置于沸水浴（油浴）中加热 30 min ，期间摇动 $3\sim 4$ 次。取出锥形瓶，冷却后用中速定性滤纸过滤，用水多次洗涤，洗至滤液无色，合并滤液于另一个锥形瓶中。

5.2.4.3 酸化沉淀

向锥形瓶中的滤液加适量盐酸（5.2.2.1）后，再用盐酸溶液（5.2.2.2）调节滤液pH值稳定至1后静置 30 min ，用恒重过的中速定量滤纸干过滤（过滤时沉淀物不宜分散，尽量在滤纸底部）。将滤纸上的沉淀物用pH为1的盐酸洗液（5.2.2.3）洗涤沉淀至滤液无色，保留沉淀物。

5.2.4.4 腐植酸沉淀物的烘干

将恒重过的中速定量滤纸（ m_3 ）和沉淀物一起移入烘干箱中，在 $(110\pm5)\text{ }^\circ\text{C}$ 下进行 4 h 干燥，直至恒重，称量腐植酸沉淀物及定量滤纸质量（ m_1 ）。

5.2.4.5 腐植酸沉淀物的灰化

将5.2.4.4所得的腐植酸沉淀物连同定量滤纸一起放入已在箱式电阻炉中灼烧恒重的坩埚中，轻轻振动摊平，在通风橱中用可调电炉低温碳化，开始温度不超过 $100\text{ }^\circ\text{C}$ ，逐渐升温到 $250\text{ }^\circ\text{C}\sim 300\text{ }^\circ\text{C}$ ，烧至无烟；然后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 $500\text{ }^\circ\text{C}$ 保持 30 min ，继续升温至 $(815\pm 10)\text{ }^\circ\text{C}$ 后，再灼烧 2 h 。取出后先在空气中冷却 5 min ，然后在干燥器中冷却至室温（约 20 min ），称量并计算腐植酸沉淀物和定量滤纸灰分的总质量（ m_2 ），同时测定定量滤纸灰分含量（ m_0 ）。

5.2.5 分析结果的表述

可溶性腐植酸含量 $\text{HA}_{s,d}$ （干基计），以其质量分数（%）表示，按式（1）计算：

$$\text{HA}_{s,d} = \frac{(m_1 - m_3) - (m_2 - m_0)}{m \times \left(\frac{100 - M_{ad}}{100} \right)} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m ——称取试样质量的数值，单位为克（g）；
 m_0 ——定量滤纸灰分质量的数值，单位为克（g）；
 m_1 ——干燥后可溶性腐植酸沉淀物和定量滤纸总质量的数值，单位为克（g）；
 m_2 ——可溶性腐植酸沉淀物和定量滤纸灰分总质量的数值，单位为克（g）；
 m_3 ——恒重后定量滤纸质量的数值，单位为克（g）；
 M_{ad} ——试料中水分的含量，数值以 %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一位。

5.2.6 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3 可溶性腐植酸分析结果允许差

可溶性腐植酸含量，%	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	≤1.0	≤1.5
25~50	≤2.0	≤3.0
>50	≤3.0	≤4.0

5.3 水分 重量法

5.3.1 方法提要

试料在（105±2）℃的烘箱中干燥，损失的质量占试料质量的质量分数，表示为水分含量。

5.3.2 仪器、设备

5.3.2.1 通常实验室仪器。

5.3.2.2 电热恒温干燥箱：温度可控制在（105±2）℃。

5.3.2.3 带磨口塞玻璃称量瓶：d 50 mm×30 mm。

5.3.3 分析步骤

用预先干燥至质量恒重的称量瓶，称取试料1.0 g（精确至0.000 2 g），然后把盖开启，将称量瓶放入预先加热到（105±2）℃的烘箱中，烘2 h后取出称量瓶并盖上称量瓶盖，在空气中冷却（2~3）min后，放入干燥器中冷却至室温（约20 min），称量。然后进行检查性干燥，每次30 min，直到试料的质量变化小于0.001 g或质量开始增加时为止。在后一种情况下，要采用质量增加前一次的质量为计算依据（ m_4 ）。

5.3.4 分析结果的表述

试样水分含量 M_{ad} ，以质量分数（%）表示，按式（2）计算：

$$M_{ad} = \frac{m - m_4}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- m ——试料的质量数值，单位为克（g）；
 m_4 ——烘干试料的质量数值，单位为克（g）。

计算结果保留到小数点后一位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.3.5 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4的规定。

表4 水分测定结果允许差

水分，%	平行测定结果的绝对差值
<5	≤0.2
5~10	≤0.3
>10	≤0.4

5.4 pH 值

5.4.1 方法提要

1 %试料溶液的pH值，用酸度计测定。

5.4.2 仪器、设备

5.4.2.1 通常实验室仪器。

5.4.2.2 pH 计：精度 0.01。

5.4.2.3 电磁搅拌器。

5.4.3 试剂

5.4.3.1 苯二甲酸盐标准缓冲溶液：c(C₆H₄CO₂HCO₂K)=0.05 mol/L，pH=4.003。

5.4.3.2 磷酸盐标准缓冲溶液：c(KH₂PO₄)=0.025 mol/L，c(Na₂HPO₄)=0.025 mol/L，pH=6.864。

5.4.3.3 硼酸盐标准缓冲溶液：c(Na₂B₄O₇)=0.01 mol/L，pH=9.182。

5.4.4 分析步骤

按pH计说明书调试仪器，用配制好的标准缓冲溶液将pH计进行定位和校正。称取1.0 g（精确至0.001 g）试料于150 mL烧杯中，加入100 mL水，置于电磁搅拌器上，在室温条件下搅拌10 min，然后用调试、校正好的pH计测定试料溶液的pH 值。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.4.5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.2 pH。

5.5 水不溶物含量

5.5.1 方法提要

试料用水溶解，经离心分离后得到水不溶物，水不溶物质量占试料质量的质量分数表示为水不溶物含量。

5.5.2 仪器、设备

5.5.2.1 通常实验室仪器。

5.5.2.2 电热恒温干燥箱：温度可控制在（110±5）℃。

5.5.2.3 带磨口塞称量瓶：d 70 mm×35 mm。

5.5.2.4 中速定量滤纸。

5.5.2.5 离心机：最低转速为2 000 r/min，离心管容积大于150 mL。

5.5.2.6 恒温水浴锅：温度控制范围在室温～100℃。

5.5.3 分析步骤

称量1.0 g试料（精确至0.000 2 g），放入250 mL锥形瓶中，加入100 mL水，在沸水浴中加热30 min，取出后冷却至室温，然后将试液及不溶物完全转入离心管中，并以2000 r/min转速离心30 min，倾析上层液得到水不溶物。

将定量滤纸和称量瓶在（110±5）℃干燥箱中烘至恒重，将上步骤得到的水不溶物用已烘至质量恒定的定量滤纸过滤，用水洗涤不溶物，洗涤至滤液无色时将不溶物与滤纸一同放入称量瓶中，在（110±5）℃下烘干2 h，取出称量瓶先在空气中冷却（2～3）min，然后放入干燥器中冷却到室温（约需20 min），称量，反复干燥、冷却和称量，直至连续两次称量的差值≤0.001 g，计为水不溶物的质量（ m_5 ）。

5.5.4 分析结果的表述

水不溶物含量 W_d （以干基计），以质量分数（%）表示，按式（3）计算：

$$W_d = \frac{m_5}{m \times \left(\frac{100 - M_{ad}}{100} \right)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_5 ——水不溶物质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

M_{ad} ——试料中水分的含量，数值以 %表示。

计算结果保留到小数点后一位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.5.5 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5的规定。

表5 水不溶物含量测定结果允许差

水不溶物含量，%	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
≤20	≤1.0	≤1.5
>20	≤2.0	≤3.0

5.6 筛余物含量

5.6.1 方法提要

试料通过1.00 mm 孔径试验筛，筛上物占试料的质量分数为筛余物含量。

5.6.2 仪器、设备

5.6.2.1 通常实验室仪器。

5.6.2.2 试验筛：1.00 mm 孔径（附筛盖和底盘）。

5.6.2.3 振筛机。

5.6.3 分析步骤

称取试料100 g（精确至0.1 g），置于1.00 mm孔径试验筛上，盖好筛盖，置于振筛机上，夹紧，振荡5 min。或进行人工筛分。称量未通过1.00 mm孔径筛子上的试料（ m_6 ）（精确至0.1 g），夹在筛孔中的颗粒应作不通过此筛孔部分计量。

5.6.4 分析结果的表述

未通过1.00 mm孔径试验筛的筛余物 ρ_{ad} ，数值以 %表示，按式（4）计算：

$$\rho_{ad} = \frac{m_6}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_6 ——未通过1.00 mm孔径试验筛子试料质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

5.7 粒度 筛分法

按GB/T 24891的规定进行。

5.8 砷、镉、铅、铬、汞含量

按GB/T 23349的规定进行。

6 检验规则

6.1 产品的企业检验及判定

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 4.1、4.2、4.3 的要求。每批产品应附有质量证明书，其内容按标识规定执行。

6.1.2 生产企业进行出厂检验时，检验结果全部合格时，则判定产品合格。如有不合格项目时，应重新在同批产品中取二倍量的包装袋中抽样进行复检。复检结果全部符合本标准要求时，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，以每天产量为一批，最大批量为 500 吨。

6.2.2 每批出厂的产品应附有产品合格证或质量证明书。

6.2.3 出厂检验项目为 4.1、4.2 规定指标。

6.3 型式检验

型式检验项目为 4.1、4.2 和 4.3 规定项目。在有下列情况之一时进行型式检验：

- 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 个月后又恢复生产时；
- 正常生产，按周期进行型式检验，每六个月至少进行一次型式检验；
- 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.4 采样方案

产品采样按 GB/T 6679 的规定执行。

6.5 质量指标合格的判断

采用 GB/T 8170 中的“修约值比较法”进行质量指标合格判断。

7 标识

7.1 产品质量证明书应载明：生产企业名称、产品名称、腐植酸原料种类（风化煤、褐煤、泥炭）、等级、生产日期、技术指标、检验结果、检验人。

7.2 产品包装袋应载明：生产或经营企业名称、地址、产品名称、等级、腐植酸原料种类（风化煤、褐煤、泥炭）、可溶性腐植酸含量的最低标明值、水不溶物含量最低标明值、水分含量最低标明值、pH 值、标准编号。其它按 GB 18382 规定执行。

8 包装

8.1 产品用编织袋内衬聚乙烯（聚丙烯）袋包装或者用三合一袋包装。每袋净含量（ 50 ± 0.5 ）kg、（ 25 ± 0.25 ）kg，每批产品每袋平均净含量不得低于 50 kg、25 kg。

8.2 粉状或超微细粉末状产品，应采用铝塑复合袋热合封口，袋体热合宽度大于 15 mm。

8.3 当需货方对每袋包装净含量有特殊要求时，可由供需双方商定，按达成的协议执行。

9 运输和贮存

9.1 产品运输过程中要轻装轻卸，运输工具和装载工具应干净、平整、无突出的尖锐物。

9.2 产品运输和贮存过程中应防潮、防湿、防阳光暴晒、防破损。警示说明按 GB/T 191 的规定执行。