

ICS 65.080
G 21
备案号：56411—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5046—2016

腐植酸复合肥料

Humic acid-inorganic compound fertilizer

2016-10-22 发布

2017-04-01 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（SAC/TC105）归口。

本标准起草单位：上海化工研究院、山东农大肥业科技有限公司、史丹利化肥股份有限公司、北京澳佳生态农业股份有限公司、山东普金肥料有限公司、山东鲁虹农业科技有限公司、中国科学院山西煤炭化学研究所。

本标准主要起草人：刘刚、丁方军、陈迪荣、冯广祥、商照聪、刘峰、黄道跟、武丽萍、张广忠、王文洁。

腐植酸复合肥料

1 范围

本标准规定了腐植酸复合肥料的术语和定义，要求，试验方法，检验规则，标识以及包装、运输和贮存。

本标准适用于以风化煤、褐煤、泥炭为腐植酸原料，经活化与无机肥料制得的腐植酸复合肥料，也适用于腐植酸复混肥料和腐植酸掺混肥料。

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 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 8569 固体化学肥料包装

GB/T 8571 复混肥料实验室样品制备

GB/T 8572 复混肥料中总氮含量的测定

GB/T 8573 复混肥料中有效磷含量的测定

GB/T 8574 复混肥料中钾含量的测定

GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法

GB/T 11957—2001 煤中腐植酸产率测定方法

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB/T 22924 复混肥料（复合肥料）中缩二脲含量的测定

GB/T 23349 肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标

GB/T 24890 复混肥料中氯离子含量的测定

GB/T 24891 复混肥料粒度的测定

HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、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 humic acid

由动植物残体，主要是植物残体，经过微生物的分解和转化以及经地球物理、化学的一系列相互作用，形成的一类富含羧基、酚羟基、甲氧基等含氧官能团的芳香族无定形高分子化合物的混合物。

3.2

腐植酸复合肥料 humic acid-inorganic compound fertilizer
以风化煤、褐煤、泥炭为腐植酸原料，经活化与无机肥料制得的二元或三元肥料。

3.3

总腐植酸 total humic acid
用焦磷酸钠碱液可直接抽提得到的腐植酸。

3.4

活化腐植酸 activated humic acid
用极性为中性的溶剂抽提得到的腐植酸，用于表征产品中腐植酸活化的程度。本标准中以 0.1 mol/L 柠檬酸-柠檬酸钠混合溶液（pH 6~7）为抽提剂。

4 要求

- 4.1 外观：黑色、褐色颗粒，无机械杂质。
4.2 腐植酸复合肥料应符合表 1 的要求，同时应符合包装容器上的标明值。

表 1 腐植酸复合肥料的要求

项 目		指 标			
		高浓度	中浓度	低浓度	
总养分(N+P ₂ O ₅ +K ₂ O)的质量分数 ^a / %		≥	40.0	30.0	25.0
水溶性磷占有效磷百分率 ^b / %		≥	60.0	50.0	40.0
活化腐植酸含量(以质量分数计)/ %		≥	1.0	2.0	3.0
总腐植酸含量(以质量分数计)/ %		≥	2.0	4.0	6.0
水分(H ₂ O)质量分数 ^c / %		≤	2.0	2.5	5.0
粒度(1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm) ^d / %		≥	90.0		
氯离子的质量分数 ^e / %	未标“含氯”的产品	≤	3.0		
	标识“含氯(低氯)”的产品	≤	15.0		
	标识“含氯(中氯)”的产品	≤	30.0		

^a 标明的单一养分含量不得低于 4.0 %，而且单一养分测定值与标明值负偏差的绝对值不得大于 1.5 %。

^b 以钙镁磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥并在包装容器上注明为“枸溶性磷”时，“水溶性磷占有效磷百分率”项目不做检验和判定。若为氮、钾二元肥料，“水溶性磷占有效磷百分率”项目不做检验和判定。

^c 水分以出厂检验数据为准。

^d 当用户对粒度有特殊要求时，可由供需双方协议确定。

^e 氯离子的质量分数大于 30 % 的产品，应在包装袋上标明“含氯（高氯）”，标识“含氯（高氯）”的产品氯离子质量分数可不做检验和判定。

- 4.3 重金属含量应符合 GB/T 23349 的要求。
4.4 缩二脲应符合供需双方约定的要求。

5 试验方法

5.1 警告

试剂中的重铬酸钾及其溶液具有氧化性，硫酸及其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

本标准中所使用的水，在未说明规格时，其 pH 值范围和电导率应符合 GB/T 6682 中的三级水规格；本标准中所用的试剂，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂；本标准中所用的标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液，在未说明配制方法时，均按 HG/T 2843 配制。

5.3 外观

目测。

5.4 总氮含量

按 GB/T 8572 规定的方法执行。

5.5 有效五氧化二磷和水溶性磷含量占有效磷含量的百分率

按 GB/T 8573 规定的方法执行。

5.6 氧化钾含量

按 GB/T 8574 规定的方法执行。

5.7 活化腐植酸含量

活化腐植酸分为活化棕黑腐植酸和活化黄腐酸，采用容量法测定。其中活化棕黑腐植酸含量测定采用溶剂溶解酸沉淀容量法，活化黄腐酸含量测定采用溶剂溶解酸沉淀滤液树脂吸附容量法。测得的活化棕黑腐植酸含量与活化黄腐酸含量之和即为活化腐植酸含量。

活化棕黑腐植酸含量的测定见附录 A，活化黄腐酸含量的测定见附录 B。

5.8 总腐植酸含量

按活化腐植酸的测定方法执行，抽提剂采用碱性焦磷酸钠，抽提时间为 2 h。试剂配制方法按 GB/T 11957—2001 中 4.2.1 规定的方法执行。

5.9 水分

按 GB/T 8576 规定的方法执行。

5.10 粒度

按 GB/T 24891 规定的方法执行。

5.11 氯离子含量

按 GB/T 24890 规定的方法执行。

5.12 砷、镉、铅、铬、汞含量

按 GB/T 23349 规定的方法执行。

5.13 缩二脲含量

按 GB/T 22924 规定的方法执行。以液相色谱法为仲裁法。

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

产品检验分出厂检验和型式检验，第 4 章的全部项目为型式检验项目，表 1 中除氯离子质量分数以外的项目为出厂检验项目。

型式检验项目在下列情况时，应进行测定：

- 新产品设计定型鉴定及批试生产定型鉴定；
- 正式生产时，原料、工艺及设备发生变化；
- 正式生产时，定期或积累到一定量后，应周期性进行一次型式检验；
- 缩二脲的质量分数在供需双方有约定时进行检验；
- 国家或地方质量监督机构提出型式检验要求时。

6.2 组批

产品按批检验，按一天或两天的产量为一批，最大批量为 1 000 t。

6.3 采样方案

6.3.1 袋装产品

不超过 512 袋时，按表 2 确定采样袋数；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。

表 2 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		

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

式中：

n ——最少采样袋数；

N ——每批产品总袋数。

按表 2 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。

6.3.2 散装产品

按 GB/T 6679 的规定执行。

6.4 样品缩分及制备

6.4.1 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, 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; 另一瓶保存 2 个月, 以备查用。

6.4.2 样品制备

由 6.4.1 中取一瓶样品, 经缩分后取出约 100 g 样品, 迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛 (如样品潮湿或很难粉碎, 可研磨至全部通过 1.00 mm 孔径试验筛), 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。

6.5 结果判定

6.5.1 本标准中产品质量指标合格判定, 采用 GB/T 8170—2008 中“修约值比较法”。

6.5.2 出厂检验的结果全部符合本标准表 1 的技术要求时, 判定该批产品合格。

6.5.3 如果生产企业出厂检验结果中有一项指标不符合本标准要求, 应重新自 2 倍量的包装袋中采取样品进行检验, 重新检验结果中即使只有一项指标不符合本标准要求, 判该批产品不合格。

6.5.4 每批检验合格的出厂产品应附有质量证明书, 其内容包括生产企业名称、地址、产品名称、批号或生产日期、总养分、配合式或主要养分含量、氯离子含量、缩二脲含量、本标准编号和法律法规规定应标注的内容。以钙镁磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥的产品应注明为“枸溶性磷”, 并应注明是“硝态氮”或“尿素态氮”。

7 标识

7.1 应在产品包装容器正面标明产品名称、总养分含量、总腐植酸含量、活化腐植酸含量。

7.2 产品如含有硝态氮, 应在包装容器正面标明“含硝态氮”。

7.3 以钙镁磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥的产品, 应在包装容器上标明为“枸溶性磷”。

7.4 氯离子的质量分数大于 3.0 % 的产品, 应根据 4.2 要求的“氯离子的质量分数”, 用汉字明确标注“含氯(低氯)”“含氯(中氯)”或“含氯(高氯)”, 而不是标注“氯”“含 Cl”或“Cl”等。标明“含氯”的产品, 包装容器上不应有忌氯作物的图片, 也不应有硫酸钾(型)、硝酸钾(型)、硫基等容易导致用户误认为产品不含氯的标识。有含氯(高氯)的产品应在包装容器上标明产品的适用作物品种和“使用不当会对作物造成伤害”的警示语。

7.5 含有尿素态氮的产品应在包装容器上标明以下警示语——“含缩二脲, 使用不当会给作物造成伤害”。

7.6 产品的包装容器上应有使用说明, 内容包括警示语(如“氯含量较高, 含缩二脲, 使用不当会

给作物造成伤害”等)、使用方法、适宜作物及不适宜作物、建议施用量等。

7.7 每袋净含量应标明单一数值,如 25 kg、40 kg 或 50 kg 等。

7.8 其余应符合 GB 18382。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品用符合 GB 8569 规定的材料进行包装,包装规格为 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、10.0 kg,每袋净含量允许范围分别为 $50\text{ kg} \pm 0.5\text{ kg}$ 、 $40\text{ kg} \pm 0.4\text{ kg}$ 、 $25\text{ kg} \pm 0.25\text{ kg}$ 、 $10\text{ kg} \pm 0.1\text{ kg}$,每批产品平均每袋净含量不得低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、10.0 kg。当用户对每袋净含量有特殊要求时,可由供需双方协商解决,以双方合同规定为准。

8.2 在标明的每袋净含量范围内的产品中有添加物时,必须与原物料混合均匀,不得以小包装形式放入包装袋中。

8.3 在符合 GB 8569 规定的前提下,宜使用经济实用型包装。

8.4 产品应贮存于场地平整、阴凉、干燥处。产品在运输过程中应防潮、防晒、防破损。

附 录 A

(规范性附录)

腐植酸复合肥料中活化棕黑腐植酸含量的测定——酸沉淀容量法

A.1 方法提要

用 pH 值 6~7 的柠檬酸-柠檬酸钠混合溶液抽提剂从样品中抽提腐植酸,得到活化腐植酸钠溶液,再以过量的无机酸沉淀棕黑腐植酸,沉淀物用氢氧化钠溶液溶解,再用重铬酸钾氧化法测定。

滤液收集保存,用于测定活化黄腐酸含量。

A.2 试剂

A.2.1 柠檬酸溶液: $c(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

称取 21.01 g 柠檬酸,加水溶解,定容至 1 000 mL 容量瓶中,摇匀。

A.2.2 柠檬酸钠溶液: $c(\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

称取 29.41 g 柠檬酸钠,加水溶解,定容至 1 000 mL 容量瓶中,摇匀。

A.2.3 柠檬酸-柠檬酸钠抽提液: $c(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 - \text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7) = 0.1 \text{ mol/L}$ (pH 6~7)。

取 70 mL 柠檬酸溶液 (A.2.1) 与 930 mL 柠檬酸钠溶液 (A.2.2),混合,摇匀。

A.2.4 重铬酸钾标准溶液: $c\left[\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right] = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

将优级纯重铬酸钾在 130 °C 下干燥 3 h,置于干燥器中冷却,然后准确称取 4.903 6 g,放入烧杯中,加水溶解,定容至 1 000 mL 容量瓶中,摇匀。

A.2.5 重铬酸钾溶液: $c\left[\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right] = 0.4 \text{ mol/L}$ 。

称取 20 g 重铬酸钾,溶于适量水中,定容至 1 000 mL 容量瓶中,摇匀。

A.2.6 硫酸亚铁铵标准溶液: $c(\text{Fe}^{2+}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

称取 40 g 硫酸亚铁铵,用水溶解,加入 20 mL 硫酸 (A.2.8),定容至 1 000 mL 棕色容量瓶中,摇匀,避光处贮存。使用前须用 0.1 mol/L 重铬酸钾溶液按下述方法标定:

准确吸取 25 mL 重铬酸钾标准溶液 (A.2.4),放入 250 mL 锥形瓶中,加入 70 mL~80 mL 蒸馏水和 10 mL 硫酸 (A.2.8),冷却后,加入 3 滴邻菲罗啉指示剂 (A.2.7),用硫酸亚铁铵标准溶液 (A.2.6) 滴定到溶液由橙色变成砖红色。

硫酸亚铁铵标准溶液的浓度 c ,单位为摩尔每升 (mol/L),按公式 (A.1) 计算:

$$c = \frac{25}{V} \times 0.1 \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

V ——滴定 25 mL 重铬酸钾标准溶液所用硫酸亚铁铵标准溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL)。

A.2.7 邻菲罗啉指示剂。

称取 1.5 g 邻菲罗啉、1 g 硫酸亚铁铵或 0.7 g 硫酸亚铁,溶于 100 mL 水中,用棕色瓶保存。

A.2.8 硫酸: 98 %。

A.2.9 硫酸溶液: $c\left[\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right] = 1 \text{ mol/L}$ 。

将 28 mL 硫酸 (A. 2. 8) 用水稀释后, 定容至 1 000 mL 容量瓶中, 摇匀。

A. 2. 10 硫酸洗液: $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=0.1\text{ mol/L}$ 。

将硫酸溶液 (A. 2. 9) 与水按体积比 1:9 混合, 摇匀。

A. 2. 11 氢氧化钠溶液: 1 %。

称取 10 g 氢氧化钠, 加水溶解, 定容至 1 000 mL 容量瓶中, 摇匀。

A. 3 仪器设备

A. 3. 1 分析天平: 感量 0.000 1 g。

A. 3. 2 水浴恒温振荡器: 温度控制范围在室温~100 °C; 转速振幅启动 0 r/min ~50 r/min。

A. 3. 3 离心机: 最低转速 2 000 r/min, 离心杯容积大于 400 mL。

A. 3. 4 滤纸: 中速定性滤纸。

A. 3. 5 pH 计: 精度 ± 0.01 pH 单位。

A. 4 测定步骤

A. 4. 1 溶解抽提

从按 GB/T 8571 制得的试样中称取 1.0 g~3.0 g 试料 (精确到 0.000 2 g, 按活化腐植酸含量 1 %~3 % 称样量取 3.0 g~1.0 g) 于 250 mL 锥形瓶中, 加入 100 mL 柠檬酸-柠檬酸钠抽提液 (A. 2. 3), 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 60 min, 振幅 20 r/min~30 r/min, 使样品均匀抽提。

同时进行空白试验。

A. 4. 2 过滤

取出锥形瓶, 冷却到室温, 将抽提液及残渣全部转入 200 mL 容量瓶中, 用水稀释到刻度, 摇匀, 为 A 液。用中速定性滤纸干过滤, 弃去最初的约 5 mL 溶液, 随后滤出 150 mL~180 mL 滤液, 得 B 液, 供测定棕黑腐植酸 (BHA) 用。

A. 4. 3 离心沉淀

用 50 mL 移液管准确吸取 B 液 (两次) 共 100 mL 于离心杯中, 缓慢加入硫酸溶液 (A. 2. 9) 调节溶液至 pH=2.00, 悬浮液在 3 000 r/min 离心 30 min, 倾析上部清液并收集, 离心残渣用硫酸洗液 (A. 2. 10) 洗涤 3 次, 每次用量 20 mL, 上清液与洗液合并, 为 C 液。

A. 4. 4 沉淀溶解

将 A. 4. 3 离心杯中的沉淀用 50 mL 氢氧化钠溶液溶解, 转移至 200 mL 容量瓶中, 每次用 20 mL 水洗涤离心杯, 重复 3 次~4 次, 洗液转入容量瓶中, 定容, 为 D 液。

A. 4. 5 氧化滴定

准确吸取 10 mL D 液于 250 mL 锥形瓶中, 用移液管准确加入 5 mL 0.4 mol/L 重铬酸钾溶液 (A. 2. 5) 和 15 mL 硫酸 (A. 2. 8), 置于沸水浴中, 氧化 30 min, 振幅 20 r/min~30 r/min, 然后取下, 冷却至室温, 用水稀释到 100 mL 左右, 冷却后加入 3 滴邻菲罗啉指示剂, 用硫酸亚铁铵标准溶液 (A. 2. 6) 滴定至砖红色。

同时按上述步骤测定空白值。

A.4.6 结果计算

活化棕黑腐植酸含量 BHA_{ad} ，数值以%表示，按公式（A.2）计算：

$$BHA_{ad} = \frac{(V_0 - V_1)c \times 0.003 \times 1.05}{Rm} \times \frac{a}{b} \times \frac{d}{e} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

V_0 ——滴定空白消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——滴定试液消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

R ——腐植酸的含碳比（取值 0.58）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

a ——抽提液定容后的总体积的数值，单位为毫升（mL）（本方法中 $a=200$ ）；

d ——酸沉淀碱溶解定容后的总体积的数值，单位为毫升（mL）（本方法中 $d=200$ ）；

b ——酸化时所取试液的体积的数值，单位为毫升（mL）（本方法中 $b=100$ ）；

e ——氧化测定时所取试液的体积的数值，单位为毫升（mL）（本方法中 $e=10$ ）；

0.003——与 1.00 mL $c(Fe^{2+})=1.000$ mol/L 硫酸亚铁铵溶液相当的碳的质量的数值，单位为克（g）；

1.05——氧化校正系数。

A.4.7 允许差

允许差见表 A.1。

表 A.1 允许差

$BHA_{ad} \%$	同一实验室 _{ad} / %	不同实验室 _{ad} / %
<1.5	0.10	0.15
≥1.5	0.15	0.20

附 录 B

(规范性附录)

腐植酸复合肥料中活化黄腐酸含量的测定——树脂吸附容量法

B.1 方法提要

样品经 pH 值 6~7 的柠檬酸-柠檬酸钠抽提剂抽提, 得到活化腐植酸钠溶液, 去除不溶物, 再以过量的无机酸沉淀棕黑腐植酸, 未沉淀的溶液部分包含黄腐酸。溶液中的黄腐酸经大孔选择性吸附树脂吸附, 再用氢氧化钠溶液脱附, 洗脱液用重铬酸钾氧化, 测得活化黄腐酸含量。

B.2 试剂和材料

B.2.1 硫酸: 98 %。

B.2.2 氢氧化钠。

B.2.3 硫酸溶液: $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$ 。

将 28 mL 硫酸 (B.2.1) 用水稀释后, 定容至 1 000 mL 容量瓶中, 摇匀。

B.2.4 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

称取 40 g 氢氧化钠 (B.2.2), 溶于水, 定容至 1 000 mL 容量瓶中, 摇匀。

B.2.5 DAX-8/XAD-8 大孔吸附树脂 (甲基丙烯酸酯树脂): 0.25 mm~0.45 mm, 孔容 0.79 mL/g, 平均孔径 22.5 nm, 比表面积 160 m²/g。

B.3 仪器设备

B.3.1 水浴恒温振荡器: 温度控制范围在室温~100 °C, 转速振幅启动 0 r/min~50 r/min。

B.3.2 旋转蒸发仪: $V = 1\,000 \text{ mL}$ 。

B.3.3 水环真空泵。

B.3.4 玻璃层析柱: 30 mm×300 mm, 标准磨口 24, G3 砂芯, 聚四氟活塞。

B.3.5 玻璃储液瓶: $V = 500 \text{ mL}$, 标准磨口 24。

B.4 测定步骤

B.4.1 树脂预处理

新树脂预处理: 用乙醇或丙酮连续洗涤数次, 洗至加适量水至无白色浑浊现象。乙醇浸泡 24 h, 使充分溶胀, 水洗至中性。硫酸溶液 (B.2.3) 酸洗, 水洗至中性。氢氧化钠溶液 (B.2.4) 碱洗, 水洗至中性。装柱, 再用蒸馏水洗至无醇味。

树脂再生: 用硫酸溶液 (B.2.3)、氢氧化钠溶液 (B.2.4) 依次浸泡, 水洗至中性。装柱后用乙醇 (浓度逐渐增大) 冲洗, 水洗脱至无醇味, 即可上样。

B.4.2 吸附

B.4.2.1 由 A.4.3 得到的 C 液加到 DAX-8/XAD-8 层析柱顶部的玻璃储液瓶 (B.3.5) 中, 用旋塞

控制流速 1 mL/min~3 mL/min。

B. 4. 2. 2 层析柱中已吸附黄腐酸的树脂用水清洗 3 次，每次用量 100 mL。

B. 4. 3 脱附

将氢氧化钠溶液（B. 2. 4）加到 DAX-8/XAD-8 层析柱顶部的玻璃储液瓶（B. 3. 5）中，用旋塞控制流速为 3 mL/min，将已吸附的黄腐酸洗脱下来。用氢氧化钠溶液（B. 2. 4）清洗 3 次，每次用量 100 mL。洗脱液和清洗液合并，真空旋转蒸发至<150 mL，用水转移并定容至 250 mL 容量瓶中（彻底洗涤旋转蒸发器内壁，避免损失），为 E 液。

B. 4. 4 氧化滴定

准确吸取 10 mL E 液于 250 mL 锥形瓶中，用移液管准确加入 5 mL 0. 4 mol/L 重铬酸钾溶液（A. 2. 5）和 15 mL 硫酸（B. 2. 1），置于沸水浴（B. 3. 1）中，氧化 30 min，振幅 20 r/min~30 r/min。取下，冷却至室温，用水稀释到 100 mL 左右。冷却，加入 3 滴邻菲罗啉指示剂（A. 2. 7），用硫酸亚铁铵标准溶液（A. 2. 6）滴定至砖红色。

按上述步骤测定空白值。

B. 4. 5 结果计算

活化黄腐酸含量（FA_{B,ad}），数值以 % 表示，按公式（B. 1）计算：

$$FA_{B,ad} = \frac{(V_0 - V_1)c \times 0.003}{Rm} \times \frac{a}{b} \times \frac{f}{g} \times 100 \dots\dots (B. 1)$$

式中：

- V₀——滴定空白消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- V₁——滴定试液消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- c——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
- R——黄腐酸的含碳比（取值 0. 50）；
- m——试料的质量的数值，单位为克（g）；
- a——抽提液定容后的总体积的数值，单位为毫升（mL）（本方法中 a=200）；
- f——树脂吸附后碱洗脱液定容后的总体积的数值，单位为毫升（mL）（本方法中 f=250）；
- b——酸化时所取试液的体积的数值，单位为毫升（mL）（本方法中 b=100）；
- g——氧化测定时所取试液的体积的数值，单位为毫升（mL）（本方法中 g=10）；
- 0. 003——与 1. 00 mL c(Fe²⁺)=1. 000 mol/L 硫酸亚铁铵溶液相当的碳的质量的数值，单位为克（g）。

B. 4. 6 允许差

允许差见表 B. 1。

表 B. 1 允许差

FA _{B,ad} / %	同一实验室 _{ad} / %	不同实验室 _{ad} / %
<1. 0	0. 05	0. 08
≥1. 0	0. 08	0. 15