



中华人民共和国国家标准

GB/T 33804—2017

农业用腐殖酸钾

Potassium humate for agricultural use

2017-05-31 发布

2017-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 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/TC 105)归口。

本标准起草单位：新疆双龙腐植酸有限公司、香港中向国际有限公司、辽宁普天科技有限公司。

本标准主要起草人：蔡泽宇、邹德乙、谭钧、王春花、蒋晨义、莫俊超、潘慧、陶晓丹、郭书利、曹洪宇、许士明。

农业用腐殖酸钾

1 范围

本标准规定了农业用腐殖酸钾的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。
本标准适用于以矿物源腐殖酸原料,在一定条件下与氢氧化钾反应制成的腐殖酸钾。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 8170—2008 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 17767.3 有机-无机复混肥料的测定方法 第3部分:总钾含量
- 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
- 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 3278—2011 农业用腐植酸钠

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

矿物源腐殖酸 mineral humic acids
从风化煤、褐煤、泥炭等有机矿物中提取的腐殖酸。

3.2

农业用腐殖酸钾 potassium humate for agricultural use
以矿物源腐殖酸为原料,在一定条件下与氢氧化钾反应制成的腐殖酸钾。

3.3

可溶性腐殖酸 soluble humic acid
矿物源腐殖酸肥料和腐殖酸盐在水溶液中呈离子态的腐殖酸。可溶性腐殖酸是衡量腐殖酸肥料和腐殖酸盐产品的主要质量指标。

4 要求

- 4.1 外观:均匀的黑色的粉状、片状、粒状固体。
- 4.2 产品技术指标应符合表1的要求。

表 1 农业用腐殖酸钾的要求

项 目	要 求		
	优等品	一等品	合格品
可溶性腐殖酸含量/%	≥ 60	50	40
氧化钾(K ₂ O)含量/%	≥ 12	10	8
水不溶物含量/%	≤ 5	10	20
钠(Na ⁺)含量/%	≤ 2.0		
pH(1 : 100 倍稀释)	7~12		
水分含量(H ₂ O)/%	≤ 15		

4.3 砷、镉、铅、铬、汞限量应符合 GB/T 23349 的要求。

5 试验方法

5.1 试剂、水和溶液的配制

在未注明规格和配制方法时,均按 HG/T 2843 规定执行。标准滴定溶液的制备按 GB/T 601 规定执行。

5.2 外观

目测法测定。

5.3 可溶性腐殖酸含量(重量法)

按附录 A 进行测定。

5.4 氧化钾含量

按附录 B 进行测定。

5.5 水不溶物含量

按 HG/T 3278—2011 的 5.7 进行测定。

5.6 钠含量(火焰光度法)

按附录 C 进行测定。

5.7 pH

按 HG/T 3278—2011 的 5.5 进行测定。

5.8 水分含量

按 HG/T 3278—2011 的 5.4 进行测定。

5.9 砷、镉、铅、铬、汞含量

按 GB/T 23349 进行测定。

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,则判产品合格。如有不合格项目,应重新在同批产品中自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。如还有不合格项目,则产品判为不合格。

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 50 t。

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 出厂检验项目为表 1 中规定指标。

6.3 型式检验

6.3.1 每 6 个月进行一次型式检验。

6.3.2 型式检验项目为 4.2、4.3,型式检验项目在下列情况时,应进行测定:

- a) 正式生产时,原料、工艺及设备发生变化;
- b) 正式生产时,定期或积累到一定量后,应周期性进行一次检验;
- c) 国家质量监督机构提出型式检验的要求时;
- d) 停产 6 个月后重新生产时。

6.4 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—2008 中的“修约值比较法”。

7 标识

7.1 产品质量证明书应载明:生产企业名称、地址、产品名称、等级、生产日期、净含量、指标值、标准编号。

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、净含量、标准编号,其他按 GB 18382 规定执行。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品包装按 GB/T 8569 的规定执行。产品每袋净含量 (50 ± 0.5) kg、 (40 ± 0.4) kg、 (25 ± 0.25) kg、 (10 ± 0.1) kg,平均每袋净含量分别不应低于 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,可由供需双方商定。

8.2 在销售的包装容器中不应附加其他成分小包装物料。

8.3 产品运输和贮存过程中应防潮、防晒、防破裂,警示说明按 GB/T 191 的规定执行。

附 录 A
(规范性附录)

可溶性腐殖酸含量的测定(重量法)

A.1 方法提要

在一定温度下用水提取农业用腐殖酸钾中的可溶性腐殖酸盐,然后用一定量的酸将抽提液酸化到一定 pH 值后,用中速定量滤纸过滤,用一定量水,少量多次洗涤沉淀,将沉淀在烘干箱中干燥至恒重,称重后减掉灰分计算可溶性腐殖酸含量。

A.2 试剂和材料

A.2.1 硫酸: $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

A.2.2 硫酸溶液: $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=2\text{ mol/L}$ 。

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

A.3 仪器

A.3.1 通常实验室仪器。

A.3.2 烘干箱。

A.3.3 分析天平,精度 0.000 1 g。

A.3.4 pH 计,精度 0.01。

A.3.5 可调电炉,功率适用范围在 0~2 000 W。

A.3.6 箱式电阻炉:额定温度 1 200 ℃。

A.4 分析步骤

A.4.1 试样的制备

取农业用腐殖酸钾样品经多次缩分,取约 200 g 样品,将其研磨(粉碎)至全部过 80 目标准筛,置于洁净、干燥的样品瓶中,于室温条件下保存。

A.4.2 提取

称取固体试样 1.0 g 精确至 0.000 1 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 次~4 次。取出锥形瓶,冷却后过滤,用水多次洗涤,洗至滤液无色,合并滤液于另一个锥形瓶中,备用。

A.4.3 酸化沉淀

向锥形瓶中滤液加适量硫酸(A.2.1)后,再用硫酸溶液(A.2.2)调节滤液 pH 值稳定至 1,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约 100 mL 水,不低于 5 次进行洗涤,保留沉淀物。

A.4.4 腐殖酸沉淀物质量的测定

将滤纸和沉淀物一起移入烘干箱中,在 $(110\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 下进行 4 h 干燥,直至恒重,称量并计算腐殖酸沉淀物质量(m_1)。

A.4.5 腐殖酸沉淀物灰分的测定

将上步所得的腐殖酸沉淀物连同滤纸一起放入已在箱式电阻炉中灼烧恒重的瓷坩埚中,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°C ,逐渐升温到 $250^{\circ}\text{C}\sim 300^{\circ}\text{C}$,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°C 保持 30 min,继续升温至 $(815\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 后,再灼烧 2 h。取出后先在空气中冷却 5 min,然后再干燥器中冷却至室温(约 20 min),称量并计算腐殖酸沉淀物灰分质量(m_2)。

A.5 分析结果的表述

可溶性腐殖酸含量 HA_s^{ad} ,以质量分数(%)表示,按式(A.1)计算:

$$\text{HA}_s^{\text{ad}} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

- m_1 ——干燥后腐殖酸沉淀物质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——可溶性腐殖酸沉淀物灰分质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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两位。

A.6 允许差

同一实验室平行测定结果的允许绝对差值不大于 3.0%;不同实验室平行测定结果的允许绝对差值不大于 5.0%。

附 录 B
(规范性附录)
氧化钾含量的测定

B.1 试剂和材料

盐酸溶液:1+12(体积比)。

B.2 仪器

需要下列仪器:

- 通常实验室仪器;
- 沸水浴或油浴。

B.3 试样的制备

见 A.4.1。

B.4 试样溶液的制备

称取试样 2.0 g(准确至 0.000 1 g)于 250 mL 烧杯中,加入 1:12 盐酸 150 mL,盖上表面皿,置于沸水浴(或油浴)中加热 30 min,冷却后,定容于 250 mL 容量瓶,摇匀后用中速定性滤纸过滤,弃去最初 20 mL 左右滤液,收集滤液备用。

B.5 测定

取 B.4 的试样溶液为测定试液,按 GB/T 17767.3 中的四苯硼酸钾重量法的规定进行检测。

B.6 允许差

同一实验室平行测定结果的允许绝对差值不大于 0.2%,不同实验室测定结果的允许绝对差值不大于 0.4%。

附 录 C
(规范性附录)
钠含量的测定(火焰光度法)

C.1 方法原理

待测液在火焰高温激发下辐射出钠元素的特征光谱,其强度与溶液中钠的浓度成正比,从钠标准溶液所作的工作曲线上即可查出待测液的钠浓度。

C.2 试剂

C.2.1 钠标准储备溶液: $\rho = 1.00 \text{ mg/mL}$

称取 2.541 9 g 经 110 °C 烘 2 h 的氯化钠,用水溶解后定容于 1 000 mL 的容量瓶中,混匀,贮存于塑料瓶中。

C.2.2 钠标准溶液: $\rho = 100 \text{ }\mu\text{g/mL}$

吸取钠标准储备溶液 25 mL 于 250 mL 量瓶中,用水稀释至刻度混匀。

C.3 仪器

需要下列仪器:

- 通常实验室仪器;
- 水平往复式振荡器;
- 火焰光度计。

C.4 分析步骤

C.4.1 试样的制备

见 A.4.1。

C.4.2 试样溶液的制备

见 B.4。

C.4.3 工作曲线的绘制

分别准确吸取钠标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL 分别置于八个 100 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此标准系列钠溶液的质量浓度为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、3.00 $\mu\text{g/mL}$ 、4.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、6.00 $\mu\text{g/mL}$ 、7.00 $\mu\text{g/mL}$ 。在选定工作条件的火焰光度计上,以空白溶液调节仪器零点,由低浓度到高浓度分别测定各标准溶液的发射强度值。以各标准溶液钠的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,相应的发射光谱强度为纵坐标,绘制工作曲线。

C.4.4 测定

将试样溶液或稀释一定倍数后在与测定标准系列溶液相同的条件下,测得钠的发射光谱强度,在工作曲线上查出相应钠的质量浓度($\mu\text{g/mL}$)。

C.4.5 空白试验

除不加试样外,其他步骤与试样溶液的测定方法相同。

C.4.6 分析结果的表述

钠含量 ω_2 ,以质量分数(%)表示,按式(C.1)计算:

$$\omega_2 = \frac{(\rho - \rho_0) \times D \times 250}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- ρ ——由标准工作曲线查得的试样溶液中钠的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 - ρ_0 ——由标准工作曲线查得的空白溶液中钠的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
 - D ——测定时试样溶液的稀释倍数;
 - 250——试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 - 10^6 ——将克换算成微克的系数;
 - m ——试料质量的数值,单位为克(g)。
- 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

C.4.7 允许差

同一实验室平行测定结果的允许绝对差值不大于 0.2%,不同实验室测定结果的允许绝对差值不大于 0.4%。
