



# Q/YSC

## 云南尚呈生物科技有限公司企业标准

Q/YSC 02-2017  
代替 Q/YSC 02-2014

企业标准信息公共服务平台  
备案  
2018年01月16日 10点53分

### 黄腐酸盐（钠、钾）

Mineral source fulvic acid salt (sodium and potassium)

企业标准信息公共服务平台  
备案  
2018年01月16日 10点53分

2017-11-10 发布

2017-12-10 实施

云南尚呈生物科技有限公司 发布



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1 的要求起草。

本标准代替 Q/YSC 02-2014，与 Q/YSC 02-2014 相比修改主要内容：

- 删除了腐植酸的检测项目，增加了黄腐酸含量的检测项目；
- 修改了固体产品和液体产品中水不溶物含量的指标；
- 删除了固体产品中灰分的检测项目；
- 增加了液体产品中黄腐酸含量的测定方法；
- 删除了沉淀物（pH=2.5-3.0）的检测项目；
- 修改了水分和 pH 值的测定方法。

本标准主要起草单位：云南尚呈生物科技有限公司

本标准主要起草人：普鑫江、李宝才、任万云、袁承、夏美英

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：Q/YSC 02-2014。

企业标准信息公共服务平台  
备案  
2018年01月16日 10点53分



# 黄腐酸盐（钠、钾）

## 1 范围

本标准规定了黄腐酸盐的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存。

本标准适用于以褐煤、泥炭为主要原料经特殊工艺制得的矿源黄腐酸钠盐和钾盐。其用途为抗旱剂、叶面肥、生根剂、水产养殖、畜牧业等。

## 2 规范性引用文件

下列文件对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标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

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 农业用腐植酸钠

NY/T 1977 水溶肥料总氮、磷、钾含量的测定

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 191 包装储运图示标志

## 3 定义和术语

下列术语和定义适用于本标准

### 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 矿源黄腐酸盐 mineral source fulvic acid salt

以褐煤、泥炭或风化煤为主要原料经特殊工艺制得的一组分子量较小且水溶性好的腐植酸盐。

## 4 技术要求

### 4.1 外观

深褐色或棕黑色固体（粉末）或液体。



## 2 产品类型

将产品按黄腐酸含量分为固体（粉末）和液体两种类型。

4.2.1 固体产品技术指标应符合表 1 要求。

表 1 固体产品技术指标

项 目	指 标		
	黄腐酸钾		黄腐酸钠
	I 型	II 型	
黄腐酸含量（以干基计），% $\geq$	35	50	50
氧化钾（以干基计），% $\geq$	15	20	-
水不溶物含量（以干基计），% $\leq$	8.0	1.0	5.0
水分，%	15		
pH值	8~11		

4.2.2 液体产品技术指标应符合表 2 要求。

表 2 液体产品技术要求

项 目	指 标		
	黄腐酸钾		黄腐酸钠
	I 型	II 型	
黄腐酸含量，% $\geq$	10	15	15
氧化钾，% $\geq$	8	10	-
水不溶物含量，% $\leq$	2.0		
pH值	8~11		

## 5 试验方法

本标准所用试剂、水和溶液的配制，在未标明规格和配制方法时，均应按 HG/T 2843 之规定。

### 5.1 外观检验

采用目视法测定。将固体产品放入白色瓷盘中，在白炽灯下观测样品为深褐色或棕黑色；液体产品倒入透明玻璃筒中，在白炽灯下观测样品为深褐色或棕黑色。

### 5.2 固体产品中黄腐酸含量测定

#### 5.2.1 方法提要

试样中的 FA 用酸提取，在强酸介质中，用过量的重铬酸钾氧化 FA，剩余重铬酸钾，用标准硫酸亚铁铵溶液滴定。

#### 5.2.2 试剂

5.2.2.1 重铬酸钾基准溶液： $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1\text{mol/L}$ 。

将重铬酸钾于 130℃ 烘 3h，在干燥器中冷却至室温，称取 4.9036g 于烧杯中，加水溶解，然后转移至 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

5.2.2.2 重铬酸钾溶液： $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.8\text{mol/L}$ 。



称取 39.23g 重铬酸钾溶于 1000mL 水中，贮存于细口瓶中待用。

### 2.2.3 硫酸。

#### 5.2.2.4 邻菲罗啉—硫酸亚铁铵混合指示剂。

称取 1.5g 邻菲罗啉和 1g 硫酸亚铁铵于 100mL 水中，保存于棕色瓶中。

#### 5.2.2.5 硫酸亚铁铵标准滴定溶液： $c(\text{Fe}^{2+})=0.1\text{mol/L}$ 。

称取 40g 六水硫酸亚铁铵溶于适量的水中，加入 20mL 浓硫酸，用水稀释至 1000mL，摇匀，装入棕色瓶中，放入两条洁净的铝片或电缆铝线，以保持溶液浓度长期稳定，避免频繁标定。溶液的浓度按下述方法标定：

准确吸取  $0.1\text{mol/L}$   $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$  重铬酸钾基准溶液 25.0mL 于 250mL 锥形瓶中，加入 70~80mL 水和 10mL 浓硫酸，冷却后加 3 滴邻菲罗啉混合指示剂，用待标定的硫酸亚铁铵标准溶液滴定，直至溶液由橙色转为亮绿色，最后变为砖红色即为终点。

硫酸亚铁铵标准溶液的浓度  $c(\text{Fe}^{2+})$ ，以  $\text{mol/L}$  表示，按式 (1) 计算：

$$c(\text{Fe}^{2+}) = \frac{25}{V} \times 0.1 \quad (1)$$

式中： $V$ ——滴定时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积，mL。

### 5.2.3 仪器、设备

#### 5.2.3.1 实验室通常仪器

#### 5.2.3.2 恒温水浴：温度控制范围：室温~100℃。

### 5.2.4 分析步骤

#### 5.2.4.1 试液制备

准确称取样品 0.2~0.5g (视含量而定，准确到 0.0002g) 于 250mL 三角烧瓶中，加 10mL 水润湿后加入 0.1%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液 70mL，摇匀，瓶口插一小玻璃漏斗置于  $100^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$  的水浴加热 30min，间歇摇动三角烧瓶，取出将试液转入离心杯中，以 4800 r/min 的速度离心 5 min，离心后过滤到 250mL 容量瓶中，残渣洗涤至溶液无色，最后定容到刻度 (抽提用 0.1%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ，同时要用 0.1%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  定容)。

#### 5.2.4.2 氧化

抽取上述溶液 5mL (如 FA 含量 < 10% 时取 10mL)，于 250mL 三角烧瓶中，加重铬酸钾溶液 (5.2.2.2) 5mL，缓慢加入浓硫酸 15mL，于沸水浴中加热氧化 30min。

#### 5.2.4.3 滴定

将氧化后的试液从水浴上取下，冷却至室温，加 50~60mL 水，邻菲罗啉指示剂 2~4 滴，用硫酸亚铁铵标准溶液 (5.2.2.5) 滴定至由橙红色到绿色再变为酒红色即为终点。

#### 5.2.4.4 空白试验

除不加试料外，按照上述步骤进行空白试验。

### 5.2.5 分析结果的表述

黄腐酸含量的质量百分数 (%) (以干基计)，按式 (2) 计算：

$$\text{FA}\% = \frac{(V_0 - V) \times M \times 0.003}{m \times C} \times \frac{250}{5} \left( \text{或} \frac{250}{10} \right) \times 100\% \quad (2)$$

式中  $V_0$ ——滴定空白所消耗的硫酸亚铁铵标准液，mL

$V$ ——滴定样品消耗的硫酸亚铁铵标准液，mL

$M$ ——标准硫酸亚铁铵溶液浓度， $\text{mol/L}$

$m$ ——样品重，g

$C$ ——FA 的碳系数 0.42，(峨山褐煤属年青型，经测定其碳系数平均值约为 0.42)

计算结果保留到小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

### 5.2.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果；平行测定结果差值不大于 3%。



### 3 液体产品中黄腐酸含量测定

#### 3.1 方法提要

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。根据重铬酸钾消耗和黄腐酸含碳比,计算黄腐酸含量。

#### 5.3.2 试剂和溶液

本标准所用试剂为分析纯试剂,溶液的配制与标定依GB/T 601、GB/T 603进行。实验用水符合GB/T 6682中三级水指标。

##### 5.3.2.1 硫酸。

##### 5.3.2.2 重铬酸钾标准溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1\text{mol/L}$

将重铬酸钾于130℃烘3h,在干燥器中冷却至室温,称取4.9036g于烧杯中,加水溶解,然后转移至1000mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。也可以用直接买来的重铬酸钾基准试剂,按其说明来配制。

##### 5.3.2.3 重铬酸钾溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.8\text{mol/L}$ 。

称取39.23g重铬酸钾溶于1000mL水中,贮存于细口瓶中待用。

##### 5.3.2.4 邻菲罗啉指示剂

称取1.5g邻菲罗啉和1g硫酸亚铁铵于100mL水中,保存于棕色瓶中。

##### 5.3.2.5 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c(\text{Fe}^{2+})=0.1\text{mol/L}$ 。

称取40g六水合硫酸亚铁铵溶于适量的水中,加入20mL浓硫酸,用水稀释至1000mL,摇匀,装入棕色瓶中,放入两条洁净的铝片或电缆铝线,以保持浓度长期稳定,避免频繁标定。溶液的浓度按下述方法标定:

准确吸取 $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1000\text{mol/L}$ 重铬酸钾标准溶液25.0mL于250mL锥形瓶中,加入70~80mL水和10mL硫酸,冷却后加3滴邻菲罗啉指示剂,用待标定的硫酸亚铁铵标准溶液滴定,直至溶液由橙色转为亮绿色,最后变为砖红色即为终点。

硫酸亚铁铵标准溶液的浓度 $c(\text{Fe}^{2+})$ ,以mol/L表示,按式(3)计算:

$$c(\text{Fe}^{2+}) = \frac{25}{V} \times 0.1 \quad \dots \dots \dots (3)$$

式中:V——滴定时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL)。

#### 5.3.3 仪器和设备

##### 5.3.3.1 锥形瓶

##### 5.3.3.2 漏斗

##### 5.3.3.3 移液管

##### 5.3.3.4 量筒

##### 5.3.3.5 恒温水浴

#### 5.3.4 分析步骤

##### 5.3.4.1 氧化

称取 $(0.1 \pm 0.01)\text{g}$ 试料(称准至0.0002g,量样的多少应与黄腐酸含量的多少来确定。准确移取 $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.8\text{mol/L}$ 重铬酸钾溶液5.0mL,缓慢加入硫酸15mL,于沸水浴中加热氧化30min。

##### 5.3.4.2 滴定

将氧化后的溶液从水浴中取下,冷却至室温,加入约50~60mL水、加3滴邻菲罗啉指示剂,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液 $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]=0.1\text{mol/L}$ 滴定,溶液由橙色经绿色转变为砖红色为终点。

##### 5.3.4.3 空白试验



除不加试料外，按照5.3.4.1~5.3.4.2步骤进行空白试验。

5.3.5 农用增效型腐植酸中以质量百分数(%)表示的黄腐酸含量FA，按下式计算以质量分数表示的黄腐酸含量FA按式(4)计算：

$$FA = \frac{0.003 \times (V_0 - V_1)c}{K \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：V<sub>0</sub>——空白试验时，消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，mL；

V<sub>1</sub>——测定试样时，溶液所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，mL；

c——硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度，mol/L；

K——黄腐酸碳系数 0.42，(峨山褐煤属年青型，经测定其碳系数平均值约为 0.42)；

m——试样的质量，g；

0.003——与 1.00mL 浓度为 1.000mol/L 的硫酸亚铁铵标准滴定溶液相当的碳含量，g。

### 5.3.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果；平行测定结果差值不大于0.3%。

## 5.4 氧化钾含量测定

按NY/T 1977规定进行。

## 5.5 水分测定

按 HG/T 3278 规定进行。

## 5.6 pH值测定

按HG/T 3278规定进行。

## 5.7 水不溶物含量测定

按 HG/T 3278 规定进行。

# 6 检验规则

## 6.1 组批

同一原料、同一配方、同一工艺条件下生产的产品为一组批。每一组批最大不超过50吨。

## 6.2 抽样

6.2.1 液体：产品按GB/T 6680规定确定采样。在同一组批成品中，随机抽取200g样品，分别装入两个清洁、干燥的瓶中，密封瓶口，并在瓶上贴标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、执行标准、采样日期、采样者。一瓶用于检验，另一瓶保留备用，保留期为六个月。

6.2.2 固体：产品按 GB/T 6679 规定确定采样单元数（见表3）。



表 3 固体产品按 GB/T 6679 规定确定采样单元数

总包装袋数	采样袋数	总包装袋数	采样袋数
1~10	全部采样	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		

小包装采样时,先以箱为单位,按GB/T 6678规定确定单元数,箱内小包装再按GB/T 6679规定确定单元数;超过512袋时,按 $3 \times \sqrt[3]{N}$  (N为每批产品总的包装数)计算采样袋数,计算中,如遇有小数时,则进为整数。

采样时从袋口一边斜插至对角线深度的3/4处,将采出的样品充分混匀,用四分法或缩分器缩分至不少于500g分装于两个清洁、干燥的带有磨口塞的广口瓶中密封。瓶上粘贴标签,注明生产名称、产品名称、批号、执行标准、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存二个月备查。

### 6.3 出厂检验

产品经检验合格,并附有产品检验合格证方能出厂。出厂检验的项目为本标准表1、表2中的技术指标。

### 6.4 型式检验

每两年进行一次型式检验。型式检验的项目为本标准表1、表2中规定的项目。有下列情况时也应进行型式检验:

- 生产工艺发生重大变化或产品长期停产后恢复生产时;
- 产品主要原料来源地变化时;
- 新产品试制定型鉴定时;
- 质量监督部门提出进行型式检验要求时。

### 6.5 判定规则

对同一组批成品进行检验,所检项目合格,则判定该批产品为合格品;若所抽样品经检验有1项不合格时,在该批产品中加倍抽样复检。若仍有不合格项目,则判该批产品为不合格品。反之,则判该批产品为合格品。

## 7 标志、包装、运输和贮存

### 7.1 标志

黄腐酸盐的标志符合GB/T 191包装储运图示标志及其他有关规定。





## 2 包装

固体产品用塑料编织内衬聚乙烯薄膜袋包装，包装袋印有生产厂名称、产品名称、产品性能特点、注意事项、净含量、批号及执行标准等内容。每袋净含量相应不低于10kg、5kg、1kg，每批产品平均每袋净含量相应不低于10kg、5kg、1kg。根据用户要求或供需双方达成协议，可以采用其它形式包装，但须符合GB/T 191包装储运图示标志及其他有关规定。

液体产品用塑料瓶包装，每瓶净含量相应不低于5kg、1kg、100g，每批产品平均每瓶净含量相应不低于5kg、1kg、100g。包装瓶标签上印有生产厂名称、产品名称、产品性能特点、注意事项、净含量、批号及执行标准等内容。外包装物印有生产厂名称、产品名称、净含量、批号及执行标准。根据用户要求或供需双方达成协议，可以采用其它形式包装，但须符合GB/T 191包装储运图示标志的有关规定。

### 7.3 运输

在搬运及运输过程中应按放置方向小心轻放，严禁撞击，以免破损或泄漏。

### 7.4 贮存

贮存时应保持阴凉干燥通风，不要曝晒，贮存期为三年。