



Q/YSC

云南尚呈生物科技有限公司企业标准

Q/YSC 05-2017

企业标准信息公共服务平台
备案
2018年01月16日 10点57分

矿源黄腐酸

Mineral source fulvic acid

企业标准信息公共服务平台
备案
2018年01月16日 10点57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。

本产品因目前尚无国家标准和行业标准，经广泛收集国内外有关资料，在科学研究的基础上，按照国家颁布制定企业标准的有关规定，制定本企业标准，作为企业组织生产、检验、贸易、仲裁的依据。

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

本标准于 2017 年 11 月首次发布。

企业标准信息公共服务平台
备案
2018年01月16日 10点57分



矿源黄腐酸

1 范围

本标准规定了矿源黄腐酸的术语和定义、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。

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
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 mineral source fulvic acid

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。

4 技术要求

4.1 外观

棕黄色或深褐色的固体（粉末）或液体。

4.2 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。



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	
	I 型	II 型
黄腐酸含量（以干基计），% \geq	50	70
水不溶物含量（以干基计），% \leq	5.0	1.0
pH值	2.5~5	
水分，% \leq	15	

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	
	I 型	II 型
黄腐酸含量，% \geq	2	4
pH值	2.5~5	

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棕黄色或深褐色；液体产品倒入透明玻璃筒中，在白炽灯下观测样品为棕黄色或深褐色。

5.2 固体产品中黄腐酸含量测定（重量法）

5.2.1 方法提要

用黄腐酸产品的总有机质减去稀酸不溶物的有机质，即为产品黄腐酸的含量（分析样不能含能溶于稀酸的非黄腐酸有机质）。

5.2.2 仪器、设备

(1) 马弗炉：附带热电偶测温仪表和自动控温装置，应能在 (815 ± 15) °C 范围恒温，且炉膛内应有相应恒温区。

(2) 灰皿：长方形，底面为长45 mm，宽22 mm，高14 mm。

(3) 干燥器：内装干燥剂变色硅胶或块状无水氯化钙。

(4) 分析天平：精确到0.0002 g。

(5) 耐热金属板、瓷板或石棉板：宽度略小于炉膛，其规格与炉膛相适应。

(6) 电热恒温干燥箱：温度可控制在 (110 ± 2) °C。

(7) 带磨口塞称量瓶：直径约50 mm，高约30 mm。

(8) 中速定量滤纸。

(9) 小型离心机：转速4800 r/min。



(10) 坩埚夹。

5.2.3 分析步骤

5.2.3.1 黄腐酸产品的总有机质测定

在预先灼烧和称出重量（精确到0.0002g）的灰皿中，称取粒度0.2mm以下的试样（1±0.1）g（精确到0.0002g），记为G。试样在灰皿中铺平，使其每1 cm²不超过0.15g。将试样送入温度不超过100 °C的马弗炉中，在自然通风和流有15 mm左右缝隙的条件下用30 min缓慢升温至（500±10）°C，升温速度不宜过快，否则会引起样品爆燃，影响测定结果。在此温度下保持30min后，升至（815±10）°C。然后关上炉门并在此温度下恒温1 h，灰化结束后从炉中取出灰皿，放在石棉板上，在空气中冷却5 min，然后放入干燥器，冷却至室温（约20 min），称量。然后进行检查性灼烧，每次20 min，直到重量变化小于0.001 g为止。恒重后灼烧残留物重，G₁。

5.2.3.2 黄腐酸产品稀酸不溶物的有机质测定

称取1.0 g试样（精确至0.0002 g）记为G₀，放入250 mL锥形瓶中，加入100 mL 0.1% HCl溶液，在沸水浴上加热30 min，取出冷却至室温，然后将试液及不溶物入离心管中，并以4800 r/min的速度离心5 min，离心后过滤。

将定量滤纸和称量瓶在（110±2）°C干燥箱中干燥至恒重，将离心得到的试液及不溶物用已烘至质量恒定的定量滤纸过滤，用0.1% HCl溶液洗涤不溶物，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±2）°C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 ≤ 0.001g，计算稀酸不溶物的质量（G₂）。

将稀酸不溶物连同滤纸转入恒重并称量过的灰皿中，灰化。计算稀酸不溶物的灼烧残渣的重量（G₃）。

5.2.4 分析结果的表述

黄腐酸含量 FA（以干基计），以质量百分数（%）表示，按式（1）计算：

$$FA = \left[\frac{G \left(\frac{100 - M_{ad}}{100} \right) - G_1}{G \left(\frac{100 - M_{ad}}{100} \right)} - \frac{G_2 - G_3}{G_0 \left(\frac{100 - M_{ad}}{100} \right)} \right] \times 100\% \quad (1)$$

式中：

FA—分析试样的黄腐酸，%；

G—测定总有机质分析试样的重量，单位为克（g）；

G₁—恒重后灼烧残留物重，单位为克（g）；

G₀—测定稀酸不溶物有机质分析试样的重量，单位为克（g）；

G₂—稀酸不溶物的质量，单位为克（g）；

G₃—稀酸不溶物的灼烧残渣的重量，单位为克（g）。

M_{ad}—分析样的水分，%。

表 3 允许误差

黄腐酸，%	同一华实验室 FA，%	不同化验室 FA，%
≤50	2.0	3.0
>50	2.5	3.5



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: $c(Fe^{2+})=0.1\text{mol/L}$ 。

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 $c(Fe^{2+})$,以mol/L表示,按式(2)计算:

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

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 $c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2]=0.1\text{mol/L}$ 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(3)计算：

$$FA = \frac{0.003 \times (V_0 - V_1)c}{K \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：V₀——空白试验时，消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，mL；

V₁——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%。

5.5 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 固体：产品按 GB/T 6679 规定确定采样单元数（见表 4）。

表 4 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。

6.2.2 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。

6.3 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：

- (a) 生产工艺发生重大变化或产品长期停产后恢复生产时；
- (b) 产品主要原料来源地变化时；
- (c) 新产品试制定型鉴定时；
- (d) 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。

7.2 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25kg、10kg、5kg、1kg，每批产品



均每袋净含量相应不低于25kg、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。

企业标准信息公共服务平台
备案
2018年01月16日 10点57分

企业标准信息公共服务平台
备案
2018年01月16日 10点57分