

ICS 65.080

G20

备案号:

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

## 腐植酸与黄腐酸含量的快速测定

Rapid determination of humic acid and fulvic acid content

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

2019-9-26

— XX — XX 发布

XXXX — XX — XX 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 《标准化工作导则第1部分:标准的结构和编写》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腐植酸肥料分技术委员会（SAC/TC105/SC7）归口。

本标准起草单位：华东理工大学、辽宁普天科技有限公司、上海天科化工检测有限公司，南京臻暘生物科技有限公司。

本标准起草人：

本标准首次发布。

# 腐植酸与黄腐酸含量的快速测定

## 1 范围

本标准规定了腐植酸与黄腐酸含量的快速测定方法。

本标准适用于纯度较高的含腐植酸和腐植酸盐以及含黄腐酸和黄腐酸盐的原料以及原料制品中总腐植酸、可溶性腐植酸和黄腐酸含量的快速测定，其结果以总腐植酸、可溶性腐植酸和黄腐酸的含量计。

## 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。

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 humic acid**

腐殖物质中一组分子量较大的，只能溶于稀碱溶液，不能溶于酸和水，具有芳香族、脂肪族及多种官能团结构特征的，呈黑色或棕黑色的无定形有机弱酸混合物。

### 3.2

**总腐植酸 total humic acid**

用焦磷酸钠碱溶液从腐植酸原料或肥料中提取并经酸沉淀后得到的腐植酸，包括游离腐植酸和被重金属离子固定的结合态腐植酸。

### 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。

### 3.4

**黄腐酸 fulvic acid**

腐殖质中一组分子量较小，既能溶于稀碱溶液，又能溶于酸和水，稀溶液呈黄色或棕黄色的含有芳香族结构且带有多种官能团的无定型有机弱酸混合物。

## 4 检测方法

**警告**——试剂中的重铬酸钾溶液具有强氧化性，硫酸、硫酸溶液和氢氧化钠溶液具有腐蚀性，相关操作应在通风橱内等相应安全条件下进行，试验人员应进行适当防护。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的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 4.1 方法提要

将含腐植酸、腐植酸盐和黄腐酸、黄腐酸盐的固体试样（或液体试样）分别溶解在硫酸溶液、氢氧化钠溶液和焦磷酸钠碱液中，混匀、静置沉降，分取溶液并加入重铬酸钾标准溶液、浓硫酸，轻轻晃动静置后，试管中溶液颜色与已制做的标准比色色阶对比，确定含量范围；再通过紫外可见分光光度计测定溶液的吸光值，带入已制做的标准曲线，计算得出腐植酸、黄腐酸的含量。

### 4.2 试剂

本标准中所用试剂的配制，在未注明规格和配制方法时，均按 HG/T 2843 规定执行。

#### 4.2.1 焦磷酸钠碱液 ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )。

称取15 g焦磷酸钠、7 g氢氧化钠溶于适量水中，将溶液转入1000 mL容量瓶中，用去离子水或蒸馏水定容至刻度，摇匀，备用。

#### 4.2.2 氢氧化钠溶液 $\{w[\text{NaOH}] = 1\%\}$ 。

称取10 g氢氧化钠溶于适量水中，然后转移至1 000 mL的容量瓶中，定容至刻度，摇匀，储存于塑料瓶中。注意密封、避光存放，短时间用完，勿使其生成碳酸钠。

#### 4.2.3 浓硫酸： $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ 。

#### 4.2.4 重铬酸钾标准溶液 $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.2000 \text{ mol/L}$ 。

将基准重铬酸钾于130 ℃烘干3 h，在干燥器中冷却至室温，称取9.808 g于烧杯中，加水溶解，然后转移至1000 mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。

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

量取110 mL分析纯浓硫酸，将硫酸沿烧杯壁缓慢加入水中，冷却至室温后定容至1000 mL。

### 4.3 仪器、设备

#### 4.3.1 通常实验室仪器。

#### 4.3.2 分析天平：感量 0.000 1 g。

#### 4.3.3 pH 计：精度 0.01。

#### 4.3.4 紫外分光光度计。

#### 4.3.5 1 mL~5 mL 的带刻度精密移液管。

#### 4.3.6 0.1 mL~1 mL 带刻度精密移液管

### 4.4 分析步骤

#### 4.4.1 试样的制备

##### 4.4.1.1 固体试样制备

称取按标准缩分的固体试样约100 g，将其粉碎研磨至全部过80目标准筛，置于洁净、干燥样品瓶中，于室温条件下保存，备用。

##### 4.4.1.2 液体试样制备

取液体试样经摇动充分混匀后，迅速取出约100 mL，置于洁净、干燥样品瓶中，于室温条件下密闭保存，备用。

#### 4.4.2 腐植酸与黄腐酸含量比色色阶的建立

见附录A。

#### 4.4.3 标准曲线的绘制

##### 4.4.3.1 总腐植酸标准曲线的绘制

选一个已知总腐植酸含量的物质作为标准物质，分别称取0.01 g、0.02 g、0.03 g、0.04 g、0.05 g于五个试管中，分别加入10 mL焦磷酸钠碱液（4.2.1），混匀、室温放置5 min；用微量移液管分别吸取样液1.0 mL于另外五个试管中，再往每个试管中加入1 mL重铬酸钾标准溶液（4.2.4）和3 mL浓硫酸（4.2.3），轻轻晃动2 min，静止5 min，用紫外可见分光光度计在350 nm~460 nm波长下测定吸光值，以各标准溶液腐植酸的质量浓度（g/mL）为横坐标，相应的吸光值为纵坐标，绘制总腐植酸标准曲线。（具体波长检验机构可根据仪器设备性能和样品种类自行确定，下同）。

##### 4.4.3.2 可溶性腐植酸标准曲线的绘制

选一个已知可溶性腐植酸含量的物质作为标准物质，分别称取0.01 g、0.02 g、0.03 g、0.04 g、0.05 g于五个试管中，分别加入10 mL氢氧化钠溶液（4.2.2），混匀、室温放置5 min；用微量移液管分别吸取样液1.0 mL于另外五个试管中，再往每个试管中加入1 mL重铬酸钾标准溶液（4.2.4）和3 mL浓硫酸（4.2.3），轻轻晃动2 min，静止5 min，用紫外可见分光光度计测定吸光值，以各标准溶液可溶性腐植酸的质量浓度（g/mL）为横坐标，相应的吸光值为纵坐标，绘制可溶性腐植酸标准曲线。

##### 4.4.3.3 黄腐酸标准曲线的绘制

选一个已知黄腐酸含量的样品作为标准物质，称样量5 g（精确至0.000 1 g）于300 mL锥形瓶中，加70 mL氢氧化钠溶液（4.2.2），摇匀并于锥形瓶口加上漏斗，置于98 ℃~100 ℃的沸水浴或油浴中加热30 min，期间摇动3次~4次。取出锥形瓶用中速滤纸干过滤，用水洗涤沉淀至无色，合并滤液。向滤液中加入适量硫酸（4.2.3），再加入硫酸溶液（4.2.5）调节pH为1，搅拌均匀，沉淀腐植酸。静置30 min后用中速滤纸干过滤，用水洗涤沉淀，合并滤液，定容至500 mL容量瓶中。分别吸取1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL于五个100 mL容量瓶中，加入1 mL重铬酸钾标准溶液（4.2.4）和3 mL浓硫酸（4.2.3），轻轻晃动2 min，静止5 min，用紫外可见分光光度计测定吸光值，以各标准溶液黄腐酸的质量浓度（g/mL）为横坐标，相应的吸光值为纵坐标，绘制标准曲线。

#### 4.4.4 总腐植酸和可溶性腐植酸的测定

称取样品 0.01 g~0.05 g(精确至 0.000 1 g)于三个试管中,分别加入 10 ml 焦磷酸钠碱液(4.2.1)、氢氧化钠溶液(4.2.2),混匀、室温放置 5 min,用精密移液管分别吸取样液 1.0 mL 于另外 3 个试管中,再往每个试管中加入 1 mL 重铬酸钾标准溶液(4.2.4)和 3 mL 浓硫酸(4.2.3),轻轻晃动 2min,静止 5 min,对照制定的标准比色色阶,确定含量范围;再通过紫外分光光度计在已确定的波长下测定吸光值,带入标准曲线,计算得出总腐植酸、可溶性腐植酸的含量。

#### 4.4.5 黄腐酸的测定

称取样品 5 g(精确至 0.000 1g)于 300 mL 锥形瓶中,加 70 mL 氢氧化钠溶液(4.2.2),摇匀并于锥形瓶口加上漏斗,置于 98 °C~100 °C 的沸水浴或油浴中加热 30 min,期间摇动 3 次~4 次。取出锥形瓶用中速滤纸干过滤,用水洗涤沉淀至无色,合并滤液。向滤液中加入适量硫酸(4.2.3),再加入硫酸溶液(4.2.5)调节 pH 为 1,搅拌均匀,沉淀腐植酸。静置 30 min 后用中速滤纸干过滤,用水洗涤沉淀,合并滤液,定容至 500 mL 容量瓶中。吸取 1 mL~5 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 1 mL 重铬酸钾标准溶液(4.2.4)和 3 mL 浓硫酸(4.2.3),轻轻晃动 2 min,静止 5 min,对照制定的标准比色色阶,确定含量范围;再通过紫外分光光度计在已确定的波长下测定吸光值,带入标准曲线,计算得出黄腐酸的含量。

### 5 允许差

同一实验室平行测定结果的相对误差不大于 5 %;不同实验室测定结果的相对误差不大于 10 %。

---

## 附录 A

(规范性附录)

### 腐植酸与黄腐酸含量快速测定比色色阶的建立方法

选取紫外可见分光光度计波长测定吸光值,对比仲裁法确定的泥炭、褐煤、风化煤等原料及肥料产品的腐植酸、黄腐酸含量,通过紫外可见光分光光度法建立标准曲线,获得标准比色色阶,制造标准纸色条,用于企事业等单位的中间样质量检测,科研现场跟踪,海关等机构的应急检测。

#### A.1 仪器、设备

A.1.1 通常实验室仪器。

A.1.2 紫外可见分光光度计。

A.1.3 电热恒温干燥箱:温度可控制在  $(105 \pm 2)$  °C。

- A. 1. 4 1ml~5ml的带刻度精密移液管。
- A. 1. 5 0. 1ml~1ml的带刻度精密移液管。

A. 2 总腐植酸比色色阶的建立

选一个已知总腐植酸含量的物质作为标准物质，分别称取0.01 g、0.02 g、0.03 g、0.04 g、0.05 g于五个试管中，分别加入10 ml焦磷酸钠碱液（4.2.1），混匀、室温放置5 min；用微量移液管分别吸取样液1. 0mL于另外五个试管中，再往每个试管中加入1 mL重铬酸钾标准溶液（4.2.4）和3 mL浓硫酸（4.2.3），轻轻晃动2 min，静止5 min, 试管中溶液的颜色呈现阶梯状变化，即为相应的标准比色色阶。



A. 3 可溶性腐植酸比色色阶的建立

选一个已知可溶性腐植酸含量的物质作为标准物质，分别称取 0.01 g、0.02 g、0.03 g、0.04 g、0.05 g 于五个试管中，分别加入 10 ml 氢氧化钠溶液（4.2.2），混匀、室温放置 5 min；用微量移液管分别吸取样液 1. 0mL 于另外五个试管中，再往每个试管中加入 1 mL 重铬酸钾标准溶液（4.2.4）和 3 mL 浓硫酸（4.2.3），轻轻晃动 2 min，静止 5 min, 试管中溶液的颜色呈现阶梯状变化，即为相应的标准比色色阶。



A. 4 黄腐酸比色色阶的建立

选一个已知黄腐酸含量的样品作为标准物质，称样量 5 g(精确至 0.000 1g) 于 300 mL 锥形瓶中，加 70 mL 氢氧化钠溶液（4.2.2），摇匀并于锥形瓶口加上漏斗，置于 98 ℃~100 ℃的沸水浴或油浴中加热 30 min，期间摇动 3 次~4 次。取出锥形瓶用中速滤纸干过滤，用水洗涤沉淀至无色，合并滤液。向滤液中加入适量硫酸（4.2.3），再加入硫酸溶液（4.2.5）调节 pH 为 1，搅拌均匀，沉淀腐植酸。静置 30 min 后用中速滤纸干过滤，用水洗涤沉淀，合并滤液，定容至 500 mL 容量瓶中。分别吸取 1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL 于五个 100 mL 容量瓶中，加入 1 mL 重铬酸钾标准溶液（4.2.4）和 3 mL 浓硫酸（4.2.3），轻轻晃动 2 min，静止 5 min, 容量瓶中溶液的颜色呈现阶梯状变化，即为相应的标准比色色阶。

