

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX  
代替 XX/T

黄腐酸大量元素水溶肥料

Fulvic acid macronutrient water soluble fertilizer

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(送审稿)

(本草案完成时间：2023-12-05)

XXXX—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

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：XXXXXXXXXXXXXXXXXX。

本文件主要起草人：XXXXXXXXXXXXXXXXXX

# 黄腐酸大量元素水溶肥料

## 1 范围

本文件规定了黄腐酸大量元素水溶肥料的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输、贮存。本文件适用于以矿物源黄腐酸、氮磷钾为主要原料，经一定加工工艺制成的水溶肥料的生产、检测与评价。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6274-2016 肥料和土壤调理剂 术语  
GB/T 6679 固体化工产品采样通则  
GB/T 6680 液体化工产品采样通则  
GB/T 8170 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 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法  
GB 18382 肥料标识 内容 and 要求  
GB/T 22924 复合肥料中缩二脲含量的测定  
GB/T 24891 复混肥料粒度的测定  
GB/T 34765 矿物源黄腐酸含量的测定  
GB/T 38072-2019 黄腐酸原料及肥料 术语  
GB 38400-2019 肥料中有毒有害物质的限量要求  
JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则  
NY/T 887 液体肥料密度的测定  
NY/T 1108 液体肥料 包装技术要求  
NY/T 1117 水溶肥料 钙、镁、硫、氯含量的测定  
NY/T 1973 水溶肥料 水不溶物含量和pH的测定  
NY/T 1974 水溶肥料 铜、铁、锰、锌、硼、钼含量的测定  
NY/T 1977 水溶肥料 总氮、磷、钾含量的测定  
NY/T 2670-2020 尿素硝酸铵溶液及使用规程  
HG/T 5938 腐植酸肥料中氯离子含量的测定 自动电位滴定法

## 3 术语和定义

GB/T 6274-2016、GB/T 38072-2019界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

#### 黄腐酸 fulvic acid

腐殖物质中一组相对分子质量较小的，既能溶于稀碱溶液，又能溶于酸和水，具有芳香族、脂肪族及多种官能团结构特征的，稀溶液呈黄色或棕黄色的无定形有机弱酸混合物。

[来源：GB/T 38072-2019，2.1.2]

### 3.2

#### 矿物源黄腐酸 mineral fulvic acid

从风化煤、褐煤、泥炭或油母页岩等有机矿物中提取的黄腐酸。

[来源：GB/T 38072—2019，2.1.3，有修改]

## 3.3

**大量元素 macro nutrient**

对元素氮、磷、钾的通称。

[来源：GB/T 6274-2016，2.1.4.1]

## 3.4

**水溶肥料 water soluble fertilizer**

指水溶性肥料，能够完全溶解于水，用于冲施、滴灌或喷灌施肥的二元或三元肥料，可添加中量元素、微量元素。

[来源：GB/T 6274-2016，2.1.29，有修改]

## 3.5

**黄腐酸大量元素水溶肥料 fulvic acid macro nutrient water soluble fertilizer**

矿物源黄腐酸与氮、磷、钾三种养分中两种或两种以上养分经一定加工工艺制成，含一定量矿物源黄腐酸和养分标明量的水溶肥料。

[来源：GB/T 38072—2019，2.2.2.1.6，有修改]

## 4 要求

## 4.1 外观

均匀的液体或固体。液体无明显沉淀和杂质，固体为粉末、颗粒或其他特殊形状，无明显机械杂质。

## 4.2 黄腐酸大量元素水溶肥料的技术指标

黄腐酸大量元素水溶肥料产品应符合表1的要求，同时应符合包装容器上的标明值。

表1 黄腐酸大量元素水溶肥料的要求

项 目		指 标	
		固体	液体
矿源黄腐酸质量分数		$\geq 2.0\%$	$\geq 20\text{ g/L}$
大量元素质量分数 <sup>a</sup>		$\geq 50.0\%$	$\geq 400\text{ g/L}$
水不溶物质量分数		$\leq 0.5\%$	$\leq 5\text{ g/L}$
水分(H <sub>2</sub> O) <sup>b</sup>		$\leq 2.0\%$	—
酸碱度(pH)(1:100倍稀释)		3.0-9.0	
缩二脲质量分数		$\leq 0.9\%$	
氯离子质量分数 <sup>c</sup>	未标识“含氯”	$\leq 3.0\%$	$\leq 30\text{ g/L}$
	标识“含氯(低氯)”	$\leq 15.0\%$	$\leq 150\text{ g/L}$
	标识“含氯(中氯)”	$\leq 30.0\%$	$\leq 300\text{ g/L}$
中微量元素的质量分数 <sup>d</sup> (以单质计)/%	标明的单一中量元素	$\geq 1.0\%$	$\geq 10\text{ g/L}$
	标明的微量元素总量	$\geq 0.1\%$	$\geq 1\text{ g/L}$
	标明的单一微量元素	$\geq 0.05\%$	$\geq 0.5\text{ g/L}$
粒度 <sup>e</sup> (适用时)(1.00 mm~4.75 mm或3.35 mm~5.60 mm)		$\geq 90\%$	—

<sup>a</sup> 指产品总N、P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、K<sub>2</sub>O含量之和，应至少包含2种大量元素。单一大量元素含量不低于4.0%或40 g/L。各单一大量元素测定值与标明值负偏差的绝对值应不大于1.5%或15 g/L。

<sup>b</sup> 水分以生产企业出厂检验数据为准。

<sup>c</sup> 氯离子质量分数大于30.0%或300 g/L的产品，应在包装容器上标明“含氯(高氯)”，该产品氯离子质量分数可不作检验和判定。

<sup>d</sup> 包装容器标明中量元素、微量元素时检测本项目。产品中若添加中量元素，须注明单一中量元素(钙、镁)含量；产品中若添加微量元素，须注明单一微量元素含量、微量元素总含量，钼含量应不高于0.5%或5 g/L。

<sup>e</sup> 更大颗粒或其他特殊形状的固体产品，由供需双方协议确定。

## 4.3 有毒有害物质的限量要求

除缩二脲应符合4.2的要求外，其他有毒有害物质应符合GB 38400-2019中“其他肥料”的限量要求。

## 5 试验方法

### 5.1 外观

目测法。

### 5.2 矿物源黄腐酸含量的测定

#### 5.2.1 方法提要

利用透析膜除去肥料中的小分子可溶物，得到腐植酸及不溶物的混合溶液，调节混合溶液 pH=1 酸化沉淀去除腐植酸，过滤得到黄腐酸溶液。氧化滴定法测定黄腐酸含量，在强酸条件下、用重铬酸钾氧化黄腐酸，用硫酸亚铁铵滴定过量的重铬酸钾，根据重铬酸钾消耗量和黄腐酸的碳系数计算黄腐酸的含量。

#### 5.2.2 试剂或材料

警示——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。本文件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。

5.2.2.1 一般规定：除非另有说明，本文件中所用试剂均为分析纯，所用水应符合 GB/T 6682 中三级水，所用试剂、溶液及标准溶液的配制均按 HG/T 2843 规定制备。

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

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

量取 110 mL 浓硫酸，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。

5.2.2.4 0.05 % 硫酸溶液。

称取 0.5 g 浓硫酸（5.2.2.2），加适量水溶解，用蒸馏水定容至 1000 mL。

5.2.2.5 重铬酸钾标准溶液： $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

将基准重铬酸钾于 130 °C 烘干 3 h，在干燥器中冷却至室温，称取 4.903 6 g 于烧杯中，加水溶解，然后转移至 1 000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。

5.2.2.6 重铬酸钾溶液： $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.4 \text{ mol/L}$ 。

称取重铬酸钾 20 g 溶于 600 mL~800 mL 水的烧杯中（必要时可加热），然后转移至 1 000 mL 的容量瓶中，加水定容至刻度，贮于试剂瓶中备用。

5.2.2.7 邻菲罗啉-硫酸亚铁铵混合指示液。

称取 1.5 g 邻菲罗啉及 1.0 g 硫酸亚铁铵溶于 100 mL 水中，贮存于棕色瓶中。

5.2.2.8 硫酸亚铁铵标准溶液： $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]=0.1 \text{ mol/L}$ 。

称取 40 g 六水硫酸亚铁铵溶于适量的水中，加入 20 mL 浓硫酸（5.2.2.2），用水定容至 1 000 mL，摇匀，装入棕色瓶中待用。硫酸亚铁铵溶液的浓度每次用前标定。

溶液的浓度按下述方法标定：准确吸取 25.0 mL 重铬酸钾标准溶液（5.2.2.6）于 250 mL 锥形瓶中，加入 70 mL~80 mL 水并小心加入 10 mL 浓硫酸（5.2.2.2），冷却后加 3 滴邻菲罗啉-硫酸亚铁铵混合指示液，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，按公式（1）计算：

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

式中：

$c(\text{Fe}^{2+})$  ——硫酸亚铁铵标准溶液浓度的数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

$V$  ——滴定消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL)。

#### 5.2.2.9 氢氧化钠溶液: $w(\text{NaOH}) = 10 \text{ g/L}$ 。

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。

### 5.2.3 仪器、设备

5.2.3.1 分析天平: 感量 0.000 1 g。

5.2.3.2 电导率仪。

5.2.3.3 温度计: 分度值为 1 °C。

5.2.3.4 数显恒温水浴锅: 六孔, 温度控制范围为室温~100 °C。

5.2.3.5 透析膜/透析袋: 规格 MD44, 截留分子量 MD1000。

### 5.2.4 分析步骤

#### 5.2.4.1 装填样品

准确称样品 10 g ( $m$ , 精确至 0.000 2 g)。截取约 15 cm 的透析膜, 用夹子封住一端, 湿润后, 将另一端打开, 放入肥料, 然后加约 30 mL 蒸馏水湿润肥料, 尽量排出透析袋上部气体, 用夹子封死另一端。注意夹口处应保持透析袋平整, 防止液体从两端溢出。透析膜不要装填太满, 否则容易因渗透压过大破裂。

#### 5.2.4.2 透析分离

将封口后的透析袋置于 50°C~60 °C 的蒸馏水中进行透析, 保证至少有 1 000 mL 的外部溶液, 同时可用重物压住透析袋以确保透析袋全部浸泡在水中, 防止其干燥后破裂。透析约 4 h 以后可以更换外部蒸馏水, 一般需要更换 2~3 次。外部蒸馏水透析平衡后的 EC 值降低至 50  $\mu\text{S/cm}$  以下为透析完成。

#### 5.2.4.3 酸化分离腐植酸

将透析膜内溶液, 小心转移至烧杯中, 用 10 g/L 氢氧化钠 (5.2.2.9) 冲洗透析膜, 合并洗液。将洗液全部用中速滤纸过滤, 加水洗涤, 移入 250 mL 容量瓶中定容至刻度。吸取 100.00 mL, 滴加适量浓硫酸 (5.2.2.2), 并用硫酸 (5.2.2.3) 调节 pH 为 1, 搅拌均匀, 沉淀腐植酸。静置 30 min 后用中速滤纸过滤, 用约 100 mL 0.05 % 硫酸溶液 (5.2.2.4) 洗涤沉淀, 洗涤次数不低于 5 次, 合并过滤液, 用水定容至 250 mL, 备用。

#### 5.2.4.4 氧化滴定

准确吸取上述黄腐酸溶液 5.00 mL, 加入重铬酸钾溶液 (5.2.2.6) 5.00 mL, 随后缓慢加入浓硫酸 (5.2.2.2) 15 mL, 置于 98°C~100 °C 的沸水浴或油浴中加热 30 min。取下冷却至室温, 摇匀。向得到的氧化溶液中加入 3 滴邻菲罗啉混合指示液, 用硫酸亚铁铵标准溶液 (5.2.2.8) 滴定, 至溶液由橙色经绿色转变为砖红色为终点, 记录硫酸亚铁铵标准溶液消耗的体积 ( $V_1$ )。若滴定试样所用硫酸亚铁铵标准溶液体积不足滴定空白所用体积 1/3 时, 应减少称样量, 重新测定。

#### 5.2.4.5 空白试验

准确移取 5.00 mL 空白液于锥形瓶中, 按照 (5.2.4.4) 步骤进行空白氧化滴定试验。两次空白试验的滴定绝对差值不大于 0.05 mL 时, 取其平均值 ( $V_0$ ) 用于计算 (空白和试样在同一批次进行氧化)。

#### 5.2.4.6 结果计算

分析样品中黄腐酸含量 FA, 以质量分数计, 数值以 % 表示, 按公式 (2) 计算。

$$FA = \frac{0.003 \times (V_0 - V_1) \times c(\text{Fe}^{2+})}{k \times m} \times \frac{250}{100} \times \frac{250}{V_2} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

0.003 — 与 1.00 mL 浓度为 1.000 mol/L 硫酸亚铁标准溶液相当的碳质量数值，单位为克每毫摩尔 (g/mmol)；

$V_0$ —滴定空白所消耗的硫酸亚铁标准溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_1$ —滴定黄腐酸溶液所消耗的硫酸亚铁标准溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$c(\text{Fe}^{2+})$ —硫酸亚铁标准溶液浓度的数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$m$ —试料质量的数值，单位为克 (g)；

$k$ —黄腐酸的碳系数 (矿物源黄腐酸按 0.5 计)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。计算结果表示到小数点后两位。

### 5.3 总氮含量的测定

按NY/T 1977的规定进行测定。

### 5.4 磷含量的测定

按NY/T 1977的规定进行测定。

### 5.5 钾含量的测定

按NY/T 1977的规定进行测定。

### 5.6 水不溶物含量的测定

按NY/T 1973的规定进行测定。

### 5.7 水分的测定

按GB/T 8576中的规定进行测定。

### 5.8 pH 值的测定

按NY/T 1973的规定进行测定。

### 5.9 缩二脲含量的测定

固体产品按GB/T 22924的规定进行测定，液体产品按NY/T 2670-2020附录A的规定进行测定。

### 5.10 氯离子含量的测定

按HG/T 5938的规定进行测定。

### 5.11 钙、镁含量的测定

按NY/T 1117的规定进行测定。

### 5.12 铜、铁、锰、锌、硼、铝含量的测定

按NY/T 1974的规定进行测定。

### 5.13 粒度测定

按GB/T 24891的规定进行测定。

### 5.14 液体肥料密度

按NY/T 887的规定进行测定，结果用于质量浓度的换算。

### 5.15 有毒有害物质含量的测定

按GB 38400的规定进行测定。

## 6 检验规则

### 6.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验。出厂检验项目为表 1 中的项目，型式检验项目包括第 4 章的全部项目。在有下列情况之一时进行型式检验：

- 新产品或者产品转厂生产的试制定型鉴定时；
- 正式生产后，如原材料、工艺有较大改变，可能影响产品质量指标时；
- 停产6个月后，重新恢复生产时；
- 正常生产，应按周期进行型式检验，每6个月至少进行一次型式检验；
- 政府监管部门提出进行型式检验要求时。

### 6.2 组批

产品按批检验，以一次配料为一批，最大批量为 100 t。

### 6.3 采样方案

固体产品采样按 GB/T 6679 的规定执行，液体产品采样按 GB/T 6680 的规定执行。

### 6.4 结果判定

6.4.1 本文件中产品质量指标合格判断，采用 GB/T 8170 中的“修约值比较法”。

6.4.2 型式检验项目全部符合要求时，判该批产品合格。

6.4.3 生产企业进行出厂检验时，检验项目全部符合本文件要求时则判该批产品合格。如有不合格项目，应在同批产品中按确定的最少采样袋数的 2 倍量重新取样进行复检，复检结果全部符合本文件要求时，产品判为合格。复检结果如仍有不合格项目，则判该批产品不合格。

## 7 标识

7.1 产品合格标志或质量证明书应载明：生产企业名称、地址、产品名称、批号或生产日期、矿源黄腐酸质量分数、大量元素质量分数（或/和中量元素质量分数）、水不溶物分数、本文件编号。

7.2 产品包装容器应载明：生产企业名称、地址、产品名称、本文件编号、矿源黄腐酸质量分数最低标明值，大量元素含量之和的最低标明值和各单一大量元素含量的标明值，水不溶物质量分数最高标明值、缩二脲质量分数、酸碱度（pH 值）、净含量。

7.3 产品中若添加中量元素养分，应在包装容器上注明产品所含单一中量元素含量的标明值。

7.4 产品中若添加微量元素养分，应在包装容器上注明产品所含微量元素之和的最低标明值以及各单一微量元素含量的标明值。

7.5 氯离子含量大于 3.0 %或 30 g/L 的产品，按照 4.2 的表 1 要求，应明确标识注明“含氯（低氯）”、“含氯（中氯）”或“含氯（高氯）”。

7.6 应注明 pH 的标明值。pH 测定值与标明值正负偏差的绝对值不大于 1.0。当 pH 的标明值小于 3.0 或大于 9.0 时，需标识警示和专门使用说明。

7.7 产品不得含有国家明令禁止的添加物或添加成分。

7.8 产品外包装容器上应有使用说明，内容包括警示语（如“氯离子含量较高、含缩二脲，使用不当会对作物造成伤害”等）、注意事项、使用方法等。生产日期或批号、合格证明、使用说明等部分信息可使用易于识别的二维码或条形码标注。

7.9 每袋净含量应标明单一数值，例如：10 kg。



7.10 其余按 GB 18382 的规定执行。

## 8 包装、运输和贮存

8.1 固体产品包装按照 GB/T 8569 的规定执行；液体产品包装按照 NY/T 1108 的规定执行。

8.2 固体产品每袋净含量分别不应低于  $(50 \pm 0.5)$  kg、 $(25 \pm 0.25)$  kg、 $(10 \pm 0.1)$  kg。当用户对每袋（瓶）产品净含量有特殊要求时，可按供需双方协议执行，同时应符合 JJF 1070 的规定。

8.3 在销售的包装容器中不应附加其它成分的小包装物料。

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

---