

《矿物源总腐植酸的测定》国家标准

征求意见处理汇总表

标准项目名称：矿物源总腐植酸的测定

承办人：胡睿 共 5 页

主要起草单位：沈阳农业大学等

电话：024-89196777

2014 年 6 月 19 日填写

序号	标准章条编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由
1	题目	建议去掉“碳”，改为“矿物源腐植酸类肥料中总腐植酸含量的测定”	黑龙江倍丰生产资料集团公司，李崇明	同意采纳，因碳含量是腐植酸含量的具体表示方式。
2		题目改为“煤炭腐植酸原料和肥料中总腐植酸的测定 定碳-容量法”。 题目中不必写“含量”二字，这是一般化学类标准的惯例；（4）添加副标题“定碳-容量法”，以与以往测定 HA 的“容量法”相区别。	中国腐植酸工业协会，韩立新；中国科学院山西煤炭化学研究所，成绍鑫；太原师范学院、张彩凤。	部分同意：与原容量法采用碳系数相区别。因含泥炭，所以矿物源比煤炭更确切。 同意去掉含量。
3		腐植酸和黄腐酸来源相同，仅性质有差异，腐植酸和黄腐酸重新定义无明显优点	湖南省化肥农药质量监督检验站，王英强	不采纳，因为：黄腐酸包括在腐植酸中的概念使产品名称不规范、检测方法不统一，与生产实践不一致。重新定义有理论、实践和检测基础，共同点多余分歧点。
4	1 范围	范围应改为：“本标准规定了煤炭腐植酸原料和含煤炭腐植酸肥料中总腐植酸含量的测定方法，其测定结果用碳含量表示。 本标准适用于风化煤、褐煤和泥炭原料及其腐植酸固体肥料中总腐植酸含量的测定。” 理由：命名应简捷易行，切合实际，使人一目了然。迄今进入应用领域的只有煤炭腐植酸，没有涉及其他“矿物源”，不必将定义扩大化。	新疆双龙腐植酸有限公司，孙好文	不采纳。因为： 1. 泥炭不属于煤炭，煤炭腐植酸应只包括风化煤腐植酸和褐煤腐植酸； 2. 泥炭腐植酸、黄腐酸在生物活性、分离腐植酸和黄腐酸 pH 条件等理化性质有明显区别，不应归为煤炭腐植酸。
5		本标准规定了矿物源总腐植酸的测定方法，即腐植酸碳—容量法。”碳含量表示不确切。	农业部优质农产品开发服务中心，邢文英	部分采纳。在此处去掉“用碳含量表示”
6	2 引用文件	GB/T 6679、GB 8170-2008 在文中未见引用，如想引用，请提及该标准；如不想提及，请在此删除。	黑龙江倍丰生产资料集团公司，李崇明	同意，已在标准中表明引用。

7		仅注日期的版本适用于本文件。将“所”删去。	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	采纳。
8	3 术语和定义	按尽量与国际标准ISO5073-1999接轨的原则，腐植酸的定义应改为： “能用稀碱液或焦磷酸钠碱液从含腐植酸类物质中提取的一组分子量相对较高、组成十分复杂的缩合羟基多羧酸无定型混合物”。 因“稀碱液”已充分限定了提取剂范围，不必再补充“不能溶于酸和水”，HA 的颜色也不必描述。	中国腐植酸工业协会，韩立新；中国科学院山西煤炭化学研究所，成绍鑫；太原师范学院、张彩凤。	不采纳，因为： 1. 腐植酸是无定形混合物，只能用主要形态及主要特性描述概念，溶解性是区别腐植酸和黄腐酸的主要特性； 2. ISO5073 标准存在问题较大，需完善修订，不适于作为依据。
9	3.1	“腐植酸类物质”的概念，此概念与传统“腐植酸”的概念一致，因此有必要在本章中首先列出此概念的定义。	黑龙江倍丰生产资料集团公司，李崇明	部分采纳。但腐植酸类物质与腐植酸概念不完全相同，腐植酸归属与腐植酸类物质或腐殖物质。
10		腐植酸的定义混淆，“能溶于稀碱溶液，不能溶于酸和水，呈黑色或棕黑色的无定形有机弱酸混合物”仅仅指的是胡敏酸—棕腐酸、黑腐酸等。	农业部优质农产品开发服务中心，邢文英	不采纳，因为： 黄腐酸与腐植酸在性质上有较大差异，传统定义使产品名称不规范、检测方法不统一，与生产实践不一致。另外该定义描述仅适用该
11	3.2	矿物源腐植酸 humic acid from mineral source 定义中“等有机矿物”涵盖过广。建议更改为 mineral humic acids “由动植物残体经过微生物分解、转化以及地球化学作用等系列过程形成的，从泥炭、褐煤或风化煤提取而得的，含苯核、羧基和酚羟基等无定形高分子化合物的混合物。”	农业部优质农产品开发服务中心，邢文英	不采纳，因为： 该定义描述仅适用该标准。同时，该定义是分类需要，无须更改。
12	3.3	矿物源腐植酸定义建议可不定义，总腐植酸定义建议改为矿物源总腐植酸：风化煤、褐煤、泥炭等有机矿物采用焦磷酸钠碱溶液提取的腐植酸称为矿物源总腐植酸。包括游离腐植酸和被重金属离子固定的结合态腐植酸。	江苏华昌化工股份有限公司，胡波	不采纳，因为分别表述更清楚。

13	4.1	该方法将黄腐酸排除在外，与 ISO5073 和 GB11957 有关腐植酸的 定义相矛盾，也与本标准的定义相 抵触，应考虑不加酸沉淀，直接氧 化-滴定碱提取物（已有研究证明， 肥料中的尿素不参加此标准条件下 的氧化还原反应）。	中国腐植酸工业协 会，韩立新；中国科 学院山西煤炭化学研 究所，成绍鑫。	ISO5073 标准中存在概念不清，有 缺陷。不能作为依据。 将腐植酸与黄腐酸分为两种有机 酸，是并列关系，是突出了黄腐酸 的重要性，不是排斥在外。
14		方法提要建议语句上进一步修改。	天脊煤化工集团股份 有限公司，王百文	采纳。
15	4.2	“试剂”改为“试剂和溶液”	河南省化工产品质量 监督检验中心，陈平	不采纳，此为通用格式。
16		试剂按市售、制备溶液、指示剂的 顺序编排。 HG/T 2843 中有的溶液在本标准中 可不列出制备方法。重铬酸钾标准 滴定溶液直接配置时应使用基准试 剂。	山东省化工研究院， 崔爱红	部分采纳。按照正常使用顺序，指 示剂顺序可提前。 采纳。
17	4.2.2	改为“ $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=2\text{ mol/L}$ 。” 改为“量取110mL浓硫酸，将浓硫 酸沿烧杯壁缓缓加入水中，并不断 搅拌，冷却至室温后定容至1000 mL。”（108.7mL是很费事的做法。）	河南省化工产品质量 监督检验中心，陈平	采纳。
18	4.2.3	改为“氢氧化钠溶液，10g/L。” “储存于试剂瓶中”改为“储存于 塑料瓶中”	河南省化工产品质量 监督检验中心，陈平	部分采纳。
19		必须标明焦磷酸钠的分子式 $(\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ ，否则会被误认为 是无水焦磷酸钠 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$	中国腐植酸工业协 会，韩立新；中国科 学院山西煤炭化学研 究所，成绍鑫	采纳。
20	4.2.5	改为“重铬酸钾标准溶液， $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1\text{ mol/L}$ 。” 改为“称取经 130℃干燥 3h 的基准 重铬酸钾 4.9036 g 溶于水中，然后 转移到 1 000 mL 容量瓶中，用水定 容至刻度。”	河南省化工产品质量 监督检验中心，陈平	采纳。

21	4.2.6	改为“称取重铬酸钾 19.614 g 溶于水中（必要时可加热）”	河南省化工产品质量 监督检验中心，陈平	采纳。
22	4.2.8	改为“硫酸亚铁铵标准滴定溶液” 改为“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。” 改为“硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至由橙色经绿色变为砖红色为终点。”	河南省化工产品质量 监督检验中心，陈平	部分采纳。现有标准一般均这样标明。
23	4.2.9, 4.2.10	将溶液浓度表示式中的 $\frac{1}{6}$ 改为 $\frac{1}{6}$ 。因为这是有关化学分析的国际标准规定的写法。假如写成 $\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7$ ，很容易被错误地理解成 $\frac{K_2Cr_2O_7}{6}$	中国腐植酸工业协会，韩立新；中国科学院山西煤炭化学研究所，成绍鑫；太原师范学院、张彩凤。	不采纳，因为：依据 GB/T 1.1-2009，数据表示标准委 $\frac{1}{6}$ 而不是 $\frac{1}{6}$ 。 不存在错误理解的问题。
24	4.3.4	4.3.4 改为“pH 计，精度 0.1pH 单位”（后面数据要求小数点后 1 位）		未采纳，因为：现有 pH 计精度可达 0.01
25	4.4.1	4.4.1 改为“试样经多次缩分至 200g，将其研磨全部通过 80 目(0.177mm)孔径筛”	河南省化工产品质量 监督检验中心，陈平； 湖南省化肥农药质量监督检验站，王英强	未采纳。现有标准一般均这样标明。
26		4.4.1 在样品制备中提到 GB/T 6679 标准，我认为应该删去。那是采样通则，而这里是采样后的样品处理。		采纳。
27		过滤洗涤费时，工作量大，建议参考 GB/T 11957-2001 提取液分离采用干过滤		未采纳，因为：必要步骤不可省。
28		改为“称取试样 0.2 g~0.5 g”		采纳。
29	4.4.3	应该用 2mol 的硫酸调 PH,而不应该用 4.2.1 规定的 $\rho=1.84g/mL$ 浓硫酸调。 将滤纸上的沉淀物水洗至滤液 pH 不变，”这个 PH 值的不变是多少，只有到 PH7 时才不会变，那几乎是不可能的，因为用水量太大；再就是，如果直接用蒸馏水来洗涤，会把刚沉淀出来的具有很好亲水性的腐植酸溶解出来，建议改为：用 PH 为 1-2 的酸液来洗涤，并规定每次加多少酸液，洗涤几次。	新疆双龙腐植酸有限公司，孙好文	同意采用 2mol/L 硫酸溶液调 pH。 水洗至“pH 不变”不好掌握，改为“用约 100mL 水少量多次洗涤”。

30		酸沉淀 PH 值 2.5 依据不充分，腐植酸来源不同沉淀 PH 值不同不利于检验机构操作。建议腐植酸不同来源统一沉淀 PH 值 2.0 或 1.5	湖南省化肥农药质量监督检验站，王英强	采纳。
31	4.4.6	4.4.6 改为“(空白和试样在同一批次进行氧化)。”	河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	采纳。
32		4.4.6 空白试验中准确移取 5ml 氢氧化钠（4.2.3）于 300ml 锥形瓶中，用氢氧化钠溶液代替焦磷酸钠碱液抽提时，则为游离腐植酸，不是总腐植酸的测定。	国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司雷光元	未采纳，因为：空白试验是从 4.4.3 开始而不是 4.4.2
33	5	结果计算和表述 0.003 建议改为：碳 C（1 / 4）的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔（g / mmol）	山东省化工研究院，崔爱红	未采纳，因为： 现有标准一般均这样标明。
34	6	允许差值大于编制说明数据，建议允许差相应调整。	湖南省化肥农药质量监督检验站，王英强； 河南省化工产品质量监督检验中心，陈平	部分采纳。因为：参考其他标准该标准允许差并不大，另外考虑到允许差过小不利于标准应用。
35		平行测定应同时进行	天脊煤化工集团股份有限公司，王百文	采纳。

说明： ① 发送“征求意见稿”的单位数：97 个。

② 除工作会议外，收到“征求意见稿”后，回函的单位数：12 个。

③ 除工作会议外，收到“征求意见稿”后，回函并有建议或意见的单位数：12 个。