

中华人民共和国国家标准

矿物源游离腐植酸的测定

编 制 说 明

标准编制组

《矿物源游离腐植酸的测定》

国家标准编制说明

1. 工作简况（包括任务来源、协作单位、主要工作过程、国家标准主要起草人及其所做工作等）

1.1 任务的来源

根据《国标委综合[2011]57号文件》（2011年国家标准计划）要求，开展了《有机矿物源肥料中游离腐植酸的测定》国家标准的制定工作，本标准由中国石油和化学工业联合会提出，全国肥料和土壤调节剂标准化技术委员会归口，本标准由新疆双龙腐植酸有限公司、辽宁普天科技有限公司、沈阳农业大学负责起草，项目计划编号为20112097-T-606。

1.2 本标准名称变更的说明

申报制定《有机矿物源腐植酸肥料中游离腐植酸的测定》检测方法标准，经过课题的试验研究工作及标准上报前征求腐植酸肥料工作组成员的意见，上报全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会审查的标准名称更改为《矿物源游离腐植酸的测定》。其原因理由说明如下：

1. 标准的名称在表明标准项目的类别前提下，名称越简练、用字越少越好，便于记忆、方便使用。如总腐酸、游离腐植酸、可溶性腐植酸、黄腐酸等都属有机物质，因此“有机矿物源”可去掉“有机”两个字，只写“矿物源”标明检测方法中不包括生物物质腐植酸、黄腐酸就可以了；“含量”两字也应省略，测定就意味着检测含量。

2. 因游离腐植酸检测方法主要适用于腐植酸原料，也可用于部分腐植酸肥料，由于检测方法适用范围较广，应将“腐植酸肥料中”几个字删掉，既减少了标准名称字数，又有利于标准的推广使用，使标准被采用的范围更广，应用范围更大，而不是只局限在腐植酸类肥料中应用。

3. 经过腐植酸肥料工作组第三次工作会议，与会专家都建议简化，并形成一致意见。

4. 同时，在腐植酸肥料工作组走访腐植酸类肥料领域内近100余家企业考察时，普遍认为简化名称，扩大检测方法标准的范围非常有利于行业的发展。

5. 在腐植酸肥料工作组进行工作组内征求意见时，23名委员中都赞成将原来《有机矿物源腐植酸肥料中游离腐植酸的测定》更改为《矿物源游离腐植酸的测定》。

所以，腐植酸肥料工作组作以相应的名称变更，是企业的呼声，也是行业专家的建议，这利于扩大标准应用性，同时使标准更有利于促进行业规范的健康的发展。

1.3 本标准制定主要工作过程

在接到国家标准委下达的《有机矿物类肥料中游离腐植酸的测定》国家标准编制计

划后，由辽宁普天科技有限公司、新疆双龙腐植酸有限公司、沈阳农业大学组成了《有机矿物源类肥料中游离腐植酸的测定》标准起草组，开展本标准制定的各项工作。

(1) 样品的收集

标准编写组在全国范围内进行样品采集，其中涉及到风化煤、褐煤、泥炭三种原料样品。采样时将全国分为 7 大区域（华北区、东北区、华东区、华中区、华南区、西南区、西北区），并按照以下原则进行采样：① 侧重原料主产区和主要企业，增强采集样品代表性；② 每区采集至少 5 个肥料和原料代表样；③ 每区采集至少 2 个代表性企业；④ 每省采集至少 2 个代表样；⑤ 每种原料样品至少 20 个，主产区原料样品至少 5 个；⑥ 考察企业不低于 500 家。通过实地考察、各种类型展会和交流会、电话咨询、腐植酸工作组成员及成员单位搜集等多种方式获得样品。采集得到的样品情况见表 1：

表 1 采集得到的腐植酸原料样品情况

地区	风化煤	褐煤	泥炭	合计
东北地区	8	3	7	18
华北地区	12	6	3	21
华东地区	5	1	3	9
华中地区	1	0	1	2
华南地区	1	0	0	1
西北地区	11	3	3	18
西南地区	3	3	3	9
合计	41	18	19	78

标准起草组采集的原料样品能够比较全面的代表我国腐植酸肥料生产企业所使用的原料情况，利用这些原料得到的检测方法能够适用于我国矿物源腐植酸游离腐植酸含量的评价。

(2) 查阅相关文献、资料

标准起草组在制定该标准期间多次到辽宁省标准化研究院查阅腐植酸相关标准，共查到 14 个标准，其中国家标准 4 项、行业标准 3 项、国际及国外标准 3 项、地方标准 1 项、台湾标准 4 项。上述标准大都是针对腐植酸肥料的标准，涉及腐植酸检测的方法标准仅有 2 项（GB/T 11597-2001 和 DB 51/T 842-2008），而这 2 项标准一个是针对煤炭、另一项是针对肥料，均采用重铬酸钾氧化法，并且未将腐植酸与黄腐酸作出区别，无法评价腐植酸原料当中的游离腐植酸含量。

(3) 提出实验方案

根据采集到的样品和查阅的相关标准、文献，标准起草组提出了标准方法的实验方案，即按照提取、酸沉淀、氧化、滴定的过程将腐植酸原料样品中的游离腐植酸有机碳在酸性条件下用重铬酸钾氧化后再以硫酸亚铁铵滴定。

（4）形成标准征求意见稿

标准起草组就实验方案中的适宜称样量、碱化条件、酸化条件等进行了实验确证，对腐植酸碳系数进行了验证分析实验，形成了该标准的征求意见稿，上报全国肥料和土壤调理剂标准技术委员会腐植酸肥料工作组，向全国腐植酸研究机构、企业等征求意见。

2. 标准编制原则和确定标准主要内容（如技术指标、参数、公式、性能要求、试验方法、检验规则等）的论据（包括试验、统计数据）

2.1 标准编制原则

本标准的制定根据 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则第 1 部分：标准的结构与编写规则》、GB/T 20001.4-2001《标准编写规则第 4 部分：化学分析方法》的规定进行本标准的编制工作。以综合标准化思想为指导，依据近现代科学研究成果为依据，以有利于指导企业生产和农业应用腐植酸类肥料、利于腐植酸资源合理开发利用、和利于与国际及发达国家检测方法接轨为原则，以适应我国矿物源腐植酸原料及含矿物源腐植酸固体肥料的产品质量检测为基准，确保标准的统一性、科学性、系统性、实用性。立足利于腐植酸肥料行业和腐植酸肥料生产企业建立风化煤、褐煤和泥炭中游离腐植酸的碳含量的检测规程，起到指导国内腐植酸肥料的生产和服务于腐植酸行业的作用。

2.2 确定国家标准主要内容

标准起草组在查阅相关文献和标准的基础上，综合考虑项目专家提出的建议，提出了“矿物源游离腐植酸测定”的测定方法：

提取：称取试样 0.2 g（精确至 0.000 1 g）于 300 mL 锥形瓶中，加入氢氧化钠提取液（4.2.3）70 mL，摇动使样品润湿，并于锥形瓶口加小漏斗，置于沸水浴中加热 30 min，期间摇动 3~4 次。取出锥形瓶，冷却后过滤，用约 100 mL 水少量多次洗涤，合并滤液于锥形瓶中，备用。

酸化沉淀：将滤液用适量浓硫酸调节，再加硫酸溶液（2M）调节滤液 pH 为 1.5，静置 30 min，过滤（过滤时沉淀物不宜分散，尽量在滤纸底部）。沉淀用约 100 mL 水少量多次洗涤。然后用 100 mL 氢氧化钠溶液溶解沉淀并收集洗脱碱液，用水定容至 250 mL（V2）。

氧化：准确吸取得到的溶液 5 mL（V3）于 300 mL 锥形瓶中，用移液管准确加入 5 mL 重铬酸钾溶液，小心加入 15 mL 硫酸，置于沸水浴中加热 30 min，取下冷却至室温，加入约 70 mL 水，摇匀。

滴定：向得到的溶液中加入 3 滴邻菲罗啉-硫酸亚铁铵混合指示液，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定至溶液由橙色经绿色变为砖红色为滴定终点。记录硫酸亚铁铵标准溶液消耗的体积。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。

3. 主要试验（或验证）的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

3.1 取样量

在 ISO 5073-1999 褐煤中腐植酸的测定、GB/T 11957-2001 煤中腐植酸产率测定方法等一些方法中样品的取样量一般都在 0.2g~0.5g 之间，本标准的就取样量问题做不同称样量比较实验。

为确定取样量，在加碱提取液 PH=12.5，酸化沉淀腐植酸分离黄腐酸 PH=2.0 条件下对褐煤及泥炭称样量试验，试验结果如表 2。

表 2 不同称样量样品腐植酸含量 (%)

样品编号	样品名称	0.2g 称样量	0.4g 称样量	0.6g 称样量
731	泥炭	34.08	35.07	34.71
730	褐煤	31.32	31.46	31.52

根据表 2 试验结果，褐煤及风化煤原料样品，采用容量法检测时，称样量可确定为 0.2g；泥炭称样量可确定为 0.5g。

3.2 不同提取时间对游离腐植酸含量的影响

样品加入提取剂后在沸水浴中提取游离腐植酸，一些其他腐植酸检测方法的国标及地方标准中，有的设定提取时间为 0.5h，有的设定为 2h，我们对提取时间进行了考察试验，设在沸水浴中提取时间为 0.5h、1.0h、2.0h、2.5h 共四个处理，分析样品种游离腐植酸含量结果见表 3。

表 3 不同提取时间游离腐植酸含量 (%)

提取时间 (h)	0.5	1.0	2.0	2.5
游离腐植酸含量	34.92	35.15	34.45	34.20

从表 3 可以看出，在 0.5h 至 2.5h 时间内，提取时间对游离腐植酸含量没有明显影响，提取 1h 与 0.5h，游离腐植酸含量相差 0.23%，在误差范围内，因此，提取时间确定为 0.5h。

3.3 提取液酸化沉淀腐植酸的适宜沉淀时间试验

称样量确定后，以碱提取液 pH=12.5，分离腐植酸与黄腐酸的 pH=2.0，为确定适宜酸化沉淀游离腐植酸时间，我们进行了不同酸化沉淀时间比较试验，酸化不同沉淀时间样品游离腐植酸含量结果见表 4。

表 4 酸化不同沉淀时间样品游离腐植酸含量 (%)

样品编号	样品名称	酸化沉淀 20min	酸化沉淀 40min
731	泥炭	34.05	34.76

730	褐煤	31.74	31.19
718	风化煤	65.60	66.69

从表 4 可看出, 酸化后沉淀 40min 与 20min, 三种样品游离腐植酸含量平均相差 0.41%, 差异不显著, 因此, 确定酸化沉淀时间为 30min。

3.4 提取腐植酸及酸沉淀的适宜 pH 条件试验

现有的腐植酸检测方法, 提取总腐植酸采取加固定量焦磷酸钠碱液提取, 游离腐植酸采取加固定量氢氧化钠碱液提取; 分离腐植酸和黄腐酸时, 有些检测方法加固定量酸分离腐植酸和黄腐酸, 有的控制 pH 条件也不一致, 因不同产地腐植酸原料 pH 不同, 加固定量提取剂使不同原料提取及分离腐植酸的 pH 条件不同, pH 条件对腐植酸提取率有很大影响, 因此进行了腐植酸提取及分离的适宜 pH 条件试验, 为检测方法中提取及分离腐植酸提供试验依据。分析结果表明, 风化煤原料提取游离腐植酸的适宜 pH 条件为 12.5~13.0, 最佳 pH 为 13.0, 分离腐植酸与黄腐酸的适宜 pH 条件为 1~2; 褐煤原料提取腐植酸的适宜 pH 为 13 或加 1%氢氧化钠溶液 70mL, 分离腐植酸和黄腐酸的适宜 pH 为 1~2; 泥炭原料提取腐植酸的最佳条件为加入 70mL 1%氢氧化钠碱液, 分离腐植酸和黄腐酸最佳 pH 条件为 2.5。

试验分析数据表 5、表 6、表 7 来源于新疆双龙腐植酸有限公司, 表 8、表 9、表 10 来源于辽宁普天科技有限公司。

表 5 容量法测风化煤样品游离腐植酸平均含量 (%)

分离 HA 与 FA 的 pH	提取 HA 与 FA 的 pH					
	70mL 碱液	13.0	12.5	12.0	11.5	平均
pH=1.0	45.11	47.37	46.63	42.88	33.87	43.17
pH=1	44.36	47.41	46.51	42.73	33.43	42.89
pH=2.0	45.40	47.15	46.05	42.66	32.58	42.57
pH=2.5	43.53	39.49	38.96	36.67	26.73	37.08
pH=3.0	42.78	39.26	29.79	28.82	17.09	31.55
平均	43.95	44.14	41.59	38.75	28.74	

从表 5 分析数据表明, 在相对偏差不超过 5%的条件下, 提取风化煤样品中游离腐植酸和黄腐酸的适宜 pH=12.5~13, 或加入 70mL 1%氢氧化钠碱液; 分离腐植酸与黄腐酸的适宜 pH 为 1~2。

表 6 容量法测褐煤样品游离腐植酸平均含量 (%)

分离 HA 与	提取 HA 与 FA 的 pH
---------	-----------------

FA 的 pH	70mL 碱液	13.0	12.5	12.0	11.5	平均
pH=1.0	45.69	45.95	36.64	28.13	13.88	34.06
pH=1	45.32	46.15	37.51	28.02	13.74	34.15
pH=2.0	44.74	45.61	37.51	26.74	11.59	33.24
pH=2.5	42.98	41.19	33.88	19.68	1.24	27.79
pH=3.0	41.04	18.77	8.60	3.49	0	14.38
平均	43.95	39.53	30.83	21.21	8.09	

从表 6 的分析数据表明，提取褐煤样品中游离腐植酸的适宜 pH 条件为 13 和加入 70mL 1%氢氧化钠碱液；分离腐植酸与黄腐酸的适宜 pH 为 1~2。

采用 70mL1%氢氧化钠碱液作为提取液，对泥炭样品中的游离腐植酸进行测定，得到的结果如表 7 所示：

表 7 容量法测泥炭样品游离腐植酸平均含量 (%)

pH	滴定体积 (mL)			碳含量 g/g
	一次滴定	二次滴定	平均	
1.0	17.80	17.95	17.83	31.5
1.5	18.05	18.00	18.03	25.3
2.0	18.55	18.45	18.50	10.8
2.5	18.40	18.30	18.35	15.5
3.0	18.35	18.25	18.30	17.0

表 7 的分析数据表明，分离泥炭 HA 与 FA 的适宜 pH 为 1~2。

表 8 不同 pH 条件下风化煤游离腐植酸碳含量

处理数	酸化条件	F1 (g/g) F2 (g/g) F3 (g/g) F4 (g/g) F5 (g/g)					平均 (%)	新复极差比较	
		F1 (g/g)	F2 (g/g)	F3 (g/g)	F4 (g/g)	F5 (g/g)		5%差异	1%差异
1	-0.3	0.3525	0.2963	0.4173	0.5429	0.0229	32.64	d	D
2	0	0.3338	0.3119	0.3531	0.6068	0.2299	36.71	b	B
3	1	0.3963	0.3306	0.3209	0.6388	0.2587	38.91	a	A
4	2	0.3419	0.2963	0.3370	0.4695	0.2587	34.07	c	C
5	3	0.3338	0.2888	0.2728	0.4791	0.2491	32.47	e	E

表 8 的分析数据表明，风化煤样品分离腐植酸与黄腐酸的适宜 pH=1。

表 9 不同 pH 条件下褐煤游离腐植酸碳含量

处理数	酸化 条件	H1 (g/g)	H2 (g/g)	H3 (g/g)	H4 (g/g)	H5 (g/g)	平均	新复极差比较	
							(%)	5%差异	1%差异
1	-0.3	0.3963	0.6300	0.2313	0.0713	0.3513	33.60	c	C
2	0	0.3888	0.5244	0.2206	0.1638	0.3513	32.98	d	D
3	1	0.4038	0.6213	0.2375	0.1156	0.3513	34.59	b	B
4	2	0.5163	0.6300	0.2269	0.0944	0.3138	35.63	a	A
5	3	0.4638	0.5863	0.0200	——	0.0106	21.61	e	E

表 9 分析数据表明，在 pH=2 条件下，游离腐植酸碳含量最高。

表 10 不同 pH 条件下泥炭游离腐植酸碳含量

处理数	酸化 条件	N1 (g/g)	N2 (g/g)	N3 (g/g)	N4 (g/g)	N5 (g/g)	平均	新复极差比较	
							(%)	5%差异	1%差异
1	-0.3	0.0423	0.0134	0.0134	0.0383	0.0335	2.82	c	B
2	0	0.0433	0.0141	0.0153	0.0431	0.0335	2.99	a	A
3	1	0.0420	0.0141	0.0104	0.0383	0.0344	2.78	b	B
4	2	0.0138	0.0110	0.0109	0.0374	0.0354	2.17	d	C

表 10 分析数据表明，分离腐植酸与黄腐酸的适宜 pH=0，但与其他几个处理差异不大。

由以上试验数据，我们确定矿物源腐植酸和黄腐酸的提取条件为 1%氢氧化钠 70mL；腐植酸与黄腐酸的适宜分离 pH 条件：风化煤和褐煤、泥炭取平均 pH=1。

3.5 分析误差控制的适宜范围

根据风化煤、褐煤和泥炭各 2 个样品三次平行测定的数据计算，相对偏差 0.52%~7.83%，有 16 数次，占总分析数次 88.9%；相对偏差大于 8%，只有 2 个数次，占总分析数次 11.1%。因此同一化验室按三次平行分析数据相对偏差应控制在 8%以下。舍去一个误差大的实验分析数据，按两个平行分析数据计算结果表明，同一化验室相对分析误差小于 3%。试验分析数据见表 11、表 12 和表 13。

表 11 风化煤游离腐植酸碳含量平行分析相对偏差数据表

样品编号	F90-A	F90-B	F90-C	F61-A	F61-B	F61-C	备注
一次滴定 (mL)	15.7	16.15	15.75	16.60	16.75	16.70	F90
二次滴定 (mL)	15.62	16.25	15.85	16.80	16.75	16.75	C=0.102mol/L

碳含量 (mg/g)	230	190	220	153.45	149.50	151.50	F61
三次平均值		213.3			151.48		C=0.1023mol/L
相对偏差 (%)	5.08	-10.92	-3.14	1.30	-1.31	0.01	
二次平均值		225.0			152.48		
相对偏差 (%)	2.22		-2.22	0.64		-0.64	

从表 11 可看出, 风化煤样品游离腐植酸碳含量测定, 舍去三次平行测定中误差大的数据, 按两次平行测定数据计算结果, 相对偏差小于 3%。

表 12 褐煤游离腐植酸碳含量平行分析相对偏差数据表

样品编号	H9-A	H9-B	H9-C	H11-A	H11-B	H11-C	备注
一次滴定 (mL)	16.7	16.6	16.4	17.26	17.3	17.26	
二次滴定 (mL)	16.58	16.6	16.36	17.4	17.3	17.16	
碳含量 (mg/g)	155.0	160.0	175.0	100.0	105.0	115.0	
三次平均值	163.3			106.7			
相对偏差 (%)	5.08	2.02	7.16	6.28	1.59	7.78	
二次平均值	157.5			102.5			
相对偏差 (%)	-1.59		1.59	-2.44		2.44	

表 12 分析数据表明, 褐煤游离腐植酸碳含量分析数据, 三次分析数据舍去 1 个误差大的数据, 按两次平行数据分析计算, 相对偏差小于 3%。

表 13 泥炭游离腐植酸碳含量平行测定相对偏差数据表

样品编号	N8-A	N8-B	N8-C	N9-A	N9-B	N9-C	备注
一次滴定 (mL)	18.10	18.25	18.15	18.20	18.20	18.25	
二次滴定 (mL)	18.05	18.20	18.20	18.10	18.25	18.25	
碳含量 (mg/g)	39.85	36.00	39.90	42.20	36.00	34.53	
三次平均值	38.58			37.58			
相对偏差 (%)	3.29	-6.69	3.42	12.29	-4.20	-8.12	
二次平均值	39.88			35.27			
相对偏差 (%)	-0.08		0.05	2.07		-2.1	

表 13 泥炭样品游离腐植酸碳含量分析数据, 三次平行分析数据舍去 1 个误差大的数据, 按两次平行数据计算, 平行分析相对偏差也小于 3%。

从风化煤、褐煤、泥炭三种矿物源腐植酸原料中游离腐植酸碳含量平行分析相对偏差的分析看，样品应进行三次平行检测，舍去 1 个误差大的数据，按两个平行测定数据计算，同一个实验室平行相对偏差应控制小于 3%。

3.6 矿物源游离腐植酸碳与总腐植酸碳含量测定，计算游离腐植酸提取率试验

为考查本标准方法的准确性，我们采用 GB/T 11957-2001 煤中腐植酸产率测定的方法对以下各样品的总腐植酸含量进行测定，再使用本方法测定相同样品的游离腐植酸含量，计算游离腐植酸提取率，结果如下：

表 14 风化煤样品总腐植酸碳含量及游离腐植酸提取率

样品编号	F90	F115	F124	F135	平均	提取率 (%)
总腐植酸碳含量 (mg/g)	312.0	393.8	242.6	132.3	270.2	74.2
游离腐植酸碳含量 (mg/g)	225.0	275.0	218.5	83.5	200.5	

表 15 褐煤样品总腐植酸碳含量及游离腐植酸提取率

样品编号	H9	H10	H11	平均	提取率 (%)
总腐植酸碳含量 (mg/g)	171.2	289.2	205.2	221.9	73.6
游离腐植酸碳含量 (mg/g)	157.5	244.0	88.5	163.3	

从表 14 和表 15 的试验数据看，褐煤与风化煤中游离腐植酸碳含量的提取率分别占总腐植酸碳含量的 73.6%和 74.2%。（从总腐的检测数据看，原总腐检测方法需研究修改，因在检测过程中，形成磷酸盐或焦磷酸盐沉淀，产生腐植酸共沉淀现象，使部分样品总腐植酸测定数据低于游离腐植酸，这次测定时，风化煤的 F90、褐煤的 H11、H12 样品及泥炭的五个样品都出现了这种现象。）

3.7 腐植酸平均碳系数验证实验

由于形成腐植酸的地理纬度和海拔高度不同、气候条件不同、植物种群不同、形成的地质年代及加工工艺不同，腐植酸的碳系数差异很大，使平均碳系数代表性差，应用平均碳系数增大分析误差。为验证腐植酸碳系数的代表性，取风化煤、褐煤、泥炭各 5 个样进行了验证分析，矿物源腐植酸原料碳系数分析结果见表 16。

表 16 矿物源腐植酸碳系数测定结果

样品号	1	2	3	4	5	平均
风化煤 HA 碳系数	0.66	0.72	0.57	0.51	0.62	0.62
相对偏差	6.45	16.13	-8.06	-17.74	0	
褐煤 HA 碳系数	0.63	0.73	0.48	0.50	0.58	0.58

相对偏差	8.62	25.86	-17.24	-13.79	0	
泥炭 HA 碳系数	0.42	0.44	0.47	0.41	0.45	0.44
相对偏差	-4.55	0	6.82	-6.82	2.27	

从表 16 的碳系数测定结果可知, 风化煤各样品碳系数与平均碳系数 0.62 的相对偏差范围为-17.74~16.13; 褐煤的各样品碳系数与平均碳系数 0.58 的相对偏差范围为-17.74~25.86; 泥炭各样品的碳系数与平均碳系数 0.44 的相对偏差范围为-6.82~6.82。实验分析结果表明平均碳系数代表性差, 相对偏差变化幅度大, 超过分析相对偏差允许范围。因此, 以腐植酸碳含量表示分析结果, 有利提高分析结果准确性。

3.8 实验室间验证结果

根据标准编写小组制定的方法, 我们在辽宁省沈阳市农业检测中心、辽宁省鞍山市农业检测中心、中科院新疆理化技术研究所、河南心连心科技有限公司中心实验室、陕西鼎天济农腐殖酸制品有限公司中心实验室对样品中游离腐植酸含量进行了测定, 结果如下:

表 17 五家实验室游离腐植酸含量的验证结果

编号	检测单位	种类	来源	产地	测试结果%		平均值 HA _f ^{at} C %	相对相差 %	相对标准 偏差%
					平行 1	平行 2			
33	鞍山	心连心	原料	风化煤	武川	23.24	24.08	23.66	3.55
	沈阳					25.38	24.66	25.02	2.88
	陕西					22.88	23.10	22.99	0.96
	新疆					22.70	22.94	22.82	1.05
	鞍山					21.83	21.93	21.88	0.45
	沈阳					8.56	8.67	8.62	1.28
44	鞍山	心连心	原料	风化煤	阜新	8.67	8.70	8.49	4.95
	沈阳					8.28	8.70	8.49	4.95
	陕西					8.04	8.27	8.16	2.82
	新疆					8.44	8.14	8.29	3.62
	鞍山					8.62	8.43	8.52	2.27
	沈阳					2.26	2.33	2.30	3.04
40	鞍山	心连心	原料	泥炭	东港	2.33	2.15	2.13	2.35
	沈阳					2.10	2.15	2.13	2.35
	陕西					2.23	2.27	2.25	1.78
	新疆					2.17	2.12	2.15	2.33
	鞍山					2.23	2.15	2.19	3.65
	沈阳					3.13	3.18	3.16	1.58
67	鞍山	心连心	原料	泥炭	贵州	3.18	3.03	3.05	0.98
	沈阳					3.06	3.03	3.05	0.98
	陕西					3.08	3.07	3.08	0.32
	新疆					3.03	3.03	3.03	0
	鞍山					2.86	2.96	2.91	3.44
	沈阳					5.22	5.26	5.24	0.76
88	鞍山	心连心	原料	泥炭	彰武	5.26	5.17	5.13	1.75
	沈阳					5.08	5.17	5.13	1.75
88	心连心	原料	泥炭	彰武		5.27	5.58	5.43	5.71

					陕西	5.84	5.76	5.80	1.38	
					新疆	5.42	5.51	5.47	1.65	
					鞍山	9.03	8.89	8.96	1.5	3.95
					沈阳	8.67	8.44	8.56	2.69	
91	心连心	原料	泥炭	清原	8.30	8.18	8.24	1.46		
					陕西	7.91	8.08	8.09	2.13	
					新疆	8.48	8.57	8.52	1.12	
					鞍山	16.25	16.50	16.38	1.53	3.99
					沈阳	15.30	15.69	15.50	2.52	
84	心连心		褐煤	昆明	16.31	16.50	16.41	1.16		
					陕西	16.57	16.94	16.76	2.21	
					新疆	17.24	17.35	17.30	0.61	
					鞍山	20.88	20.57	20.73	1.50	4.38
					沈阳	20.09	20.34	20.22	1.24	
95	心连心	原料	褐煤	黑龙	20.27	20.36	20.32	0.44		
				江	20.45	20.79	20.62	1.65		
					新疆	22.69	22.24	22.46	0.02	

在实验室间平行实验中，共选择 8 个样品，覆盖本标准适用范围规定的全部原料样品（风化煤、褐煤、泥炭）。从实验结果来看，各样品在实验室内的相对相差都在 5% 以内，实验室间的相对标准偏差 (RSD%) 在 5% 以内，满足对分析结果精密度的要求。

3.9 技术经济论证，预期的经济效果

本标准的编制过程符合相应的产品生产企业的要求，同时满足市场监督、检测的要求。本项国家标准制定，从一定程度上保证了腐植酸肥料工业中原料的质量，能够满足生产企业、监管部门的需要。本标准的制定、发布与实施，将提升腐植酸行业生产企业原料控制能力，提高监管部门的监测能力，将会取得巨大的社会效益。

4. 采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

4.1 本标准的腐植酸概念采用了奥登（oden）分类概念，与国际土壤学界、美国、加拿大、日本等国检测方法的基本概念相一致，与国际上一些国家及我国煤炭行业等有关部门仍将黄腐酸作为腐植酸组成部分的概念不同，采用了近代人类研究成果概念，也与农业生产中主要应用腐植酸和黄腐酸两类产品的生产实践相一致。

4.2 本标准适用范围比现有的国际标准 ISO5073-1999、GB/T11957-2001 有所扩大，适用范围包括风化煤、褐煤和泥炭，而 ISO5073-1999、仅适用于褐煤，GB/T11957-2001

适用于褐煤和风化煤，均不包括泥炭。

4.3 本标准分离腐植酸与黄腐酸的 pH 条件为煤炭类腐植酸原料适宜 pH=1，泥炭类为 pH=2.5；而 ISO5073-1999 及我国一些现有标准中，有的控制 pH=1~3，有的采用加固定量酸。分离腐植酸与黄腐酸本标准经试验确定煤炭类原料风化煤和褐煤分离腐植酸与黄腐酸的适宜 pH 条件与美国等国检测方法基本一致。

4.4 国际标准 ISO5073-1999 采用的腐植酸碳系数是采用重量法，经酸化分离出黄腐酸，测定酸沉淀的腐植酸的碳系数，而测褐煤总腐植酸和游离腐植酸含量采用容量法，没进行分离黄腐酸；与碳系数测定方法不一致。我国和日本等国采用的风化煤碳系数 0.64、褐煤 0.58、泥炭 0.51，是前苏联测定的碳系数，实际上腐植酸碳系数受形成腐植酸的植物种群不同，气候条件及形成时间不同存在很大差异，表现受不同地理纬度及海拔高度影响，因此国际土壤学界已将土壤有机质含量采用有机碳含量表示，不再乘碳系数 1.724；生产实践中，有很多企业采用复合型原料提取腐植酸或黄腐酸生产肥料，用某种固定原料的碳系数计算腐植酸含量也有问题。土耳其的腐植酸检测方法就采用了腐植酸碳含量表示；新疆双龙腐植酸有限公司测得风化煤碳系数为 0.58~0.60，而不是 0.64。因此，本标准决定以腐植酸碳含量表示分析结果。用腐植酸含量表示测试结果，需进一步制定碳系数测定方法标准，这样也可解决采用不同原料相配合提取的各种复合型腐植酸、黄腐酸含量的检测，这一点是本标准与现有国际与国内标准主要不同之处。

4.5 国际标准 ISO5073-1999，用 0.2g 样品测总腐植酸加焦磷酸钠碱液 150mL，测游离腐植酸加 150mL 1%氢氧化钠碱液，在沸水浴中加热 2h；本标准测游离腐植酸，0.2g~0.5g 样品，加 1%氢氧化钠碱液 70mL。在沸水浴中加热 0.5h，是具体测定方法的改进，既节省了实验药品，又节省了检测时间，提高了工作效率。

5. 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准的制定遵循了与其相关的国家标准或行业标准，与现行的法律、法规及其他国家标准没有矛盾。

6. 重大分歧意见的处理经过和依据

6.1 碳系数的处理：

腐植酸类原料或肥料由于原料来源及加工工艺不同，因此其产品的理化性质差异很大，使产品中的腐植酸的活性和可溶解性也产生了很大的差异，导致产品中的腐植酸的碳系数也产生了很大的差异。

碳系数是将样品中的碳变换成腐植酸的一种常数，在各种不同来源的肥料及原料中的碳系数不尽相同。在以往的腐植酸测定方法中，最后的定量计算都需要把测定出来的碳通过碳系数转化为腐植酸的量。但腐植酸肥料来源多种多样，腐植酸的组成成分千差万别，采用没有代表性的平均碳系数会使测定结果的误差很大，准确性差。因此，制定游离腐植酸含量检测方法标准，决定采用游离腐植酸碳含量表示分析结果，这种表示方法与国际土壤学界用有机碳含量表示有机质含量、与土耳其等国用腐植酸碳含量表示腐植酸的分析结果相一致。

要确定碳系数需要应立项制定腐植酸碳系数测定方法国家标准。通过全国腐植酸肥料标准工作组第三次工作会议讨论和邀请多位腐植酸研究领域的资深专家举行的论证会，一致认为：“目前学界倾向于避开碳系数，而仅用氧化滴定测得的有机碳表示腐植酸含量进行腐植酸肥的质量评价；这是一种相对简便、准确的方法”。

6.2 采用腐植酸碳含量表示腐植酸含量的说明

我国及世界多数国家采用容量法检测腐植酸含量时采用碳系数计算腐植酸含量表示检测结果，少数国家采用“碳含量”表示分析结果，我们标准编制组这次制定检测方法标准也采用碳含量表示分析结果，原因说明如下：

1) 世界各国采用碳系数不一致，影响国际间学术交流和国际贸易

中国、日本等一些国家采用风化煤腐植酸碳系数 0.64、褐煤 0.58、泥炭 0.51；西班牙、新西兰等国不分原料类型，一律采用土壤有机质碳系数 1.724；土耳其用含碳量表示，不乘以碳系数；越南和巴基斯坦采用比色法，不用碳系数。使采用腐植酸碳系数计算腐植酸含量在国际上没有统一的可比性。

2) 国内目前采用碳系数不一致

国内目前腐植酸碳系数多数单位采用风化煤 0.64、褐煤 0.58、泥炭 0.51；也有些单位采用自测的碳系数，如新疆双龙腐植酸有限公司自测新疆风化煤碳系数 0.58~0.60，辽宁普天科技有限公司测的内蒙风化煤碳系数 0.59；山西美邦大富农科技有限公

司请北京一家单位测的褐煤腐植酸碳系数 0.46;农业部颁发的含腐植酸水溶肥料的腐植酸碳系数是土壤有机质 1.724. 这种状况使采用碳系数计算腐植酸含量的表示方法,也缺乏统一性的比较基础。

3)沈阳农业大学、腐植酸肥料工作组化实验室对全国各地部分具有代表性风化煤、褐煤、泥炭样品的碳系数分析研究结果表明,由于受形成风化煤、褐煤、泥炭的地质年代影响,以及地理纬度、海拔高度、加工工艺影响,同类型原料不同地区的样品的碳系数与平均碳系数间相对偏差较大,远超过分析偏差允许范围,这样利用平均碳系数计算腐植酸含量,必然造成分析结果的不公正、不合理,对腐植酸的合理应用也存在影响。

4)企业生产实践中,有采用泥炭或褐煤、风化煤与生物质材料按一定量混配发酵制取复合型生物腐植酸,有的企业根据腐植酸含量、腐植酸生物活性,采用不同矿物源原料按一定比例混配生产复合型矿物源腐植酸,这类复合型腐植酸产品如采用单一腐植酸原料碳系数计算,会造成更大的分析误差。

5)国际土壤学会因土壤有机质平均碳系数代表性差,造成分析误差大,已不采用平均碳系数,采用有机碳含量表示土壤有机质含量;我国的近都土耳其在腐植酸含量的检测中也已采用碳含量表示分析结果。

6)国内外目前尚无统一的黄腐酸碳系数,我国企业采用的黄腐酸碳系数有的 0.3,有的 0.45,多数采用 0.48~0.50,新疆汇通旱地龙腐植酸有限公司原采用的黄腐酸碳系数为 0.51。由于黄腐酸碳系数不统一,差异很大,使黄腐酸分析结果缺少可比性,甚至出现有的企业由于采用的黄腐酸碳系数过小,使样品黄腐酸含量超过有机质含量。为了避免黄腐酸分析结果误差过大,促进黄腐酸产业发展,腐植酸肥料工作组在 2011 年修订《腐植酸铵肥料分析方法》标准时,由于收集样品量少,时间比较紧的情况下,根据植物体碳含量一般在 50%左右,我国实际采用黄腐酸碳系数 0.48~0.50,决定选用黄腐酸碳系数 0.5 修订标准,以先有个统一的黄腐酸碳系数,使黄腐酸检测工作先有个统一的遵循,有利于产业发展,因不是经严密试验得到的黄腐酸碳系数,标准推荐为推荐性行业标准先颁布实施,条件具备时再根据实际情况进行修订,这一情况在标准编制说明中已清楚标明,腐植酸工业协会领导在标准修订过程中全程参与这项工作,全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会也清楚这一问题的处理情况。

基于上述原因,因平均碳系数代表性差,偏差远大于分析允许误差,经标准编制组

根据研究结果决定：为提高分析结果精度，增强分析结果可比性，采用“碳含量”表示腐植酸、黄腐酸检测结果。

7．国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议

建议将本标准作为推荐性国家标准颁布实施。

8．贯彻国家标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法等内容）

为了更好地实施本国家标准，建议开展本国家标准技术的培训工作。

9．废止现行有关标准的建议

无。

10．其他应予说明的事项

无。
