

《矿物源游离腐植酸的测定》国家标准

征求意见处理汇总表

标准项目名称：矿物源游离腐植酸的测定

承办人：赵瑛博 共 5 页

主要起草单位：新疆双龙腐植酸有限公司等 电话：024-89196777 2014 年 3 月 15 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	4.4.2	本次腐植酸系列方法标准都很费时，而且又要求在一天内完成测定，工作量太大，费时的步骤是过滤洗涤，第一步提取液用干过滤的方法比提取液全部过滤并洗涤肯定要省时，而且煤中腐植酸测定GB/T11957-2001 中提取液分离也是采用干过滤。建议第一步提取液用干过滤的方法分离。	湖南省化肥农药质量监督检验站	未采纳。分取后的测定结果偏小，结果误差偏大。
2	4.4.3	泥炭调至pH 2.5，其它为pH 1.5，这对生产厂家知道原料来源没有问题，但是对检验机构来说可操作性就不强了，检验机构根本不知道所检样品的真实生产原料，建议统一沉淀pH为2.0 或1.5。	湖南省化肥农药质量监督检验站	采纳。将沉淀 pH 改为 1.5.
3	3.2	可不作定义。	江苏华昌化工股份有限公司	不采纳。有必要明确矿物源腐植酸的概念。矿物源腐植酸不是煤炭，除风化煤、褐煤外还包括泥炭。
4	3.3	对风化煤、褐煤、泥炭等有机矿物用1%氢氧化钠提取出的腐植酸，即酸性基团保持游离状态的腐植酸称为矿物源游离腐植酸。	江苏华昌化工股份有限公司	未采纳。在 3.2 定义矿物源腐植酸的基础上不必再对来源做出描述。
5	4.1	方法提要语句上进一步修改。	天脊煤化工集团股份有限公司	采纳。
6	6	平行测定应同时进行。	天脊煤化工集团股份有限公司	采纳。
7	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	未采纳。在标准文本中的提法是“试剂”，而不是“试剂和溶液”
8	4.2.1	硫酸， $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 改为“硫酸，分析纯 $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ”	河南省化工产品质量监督检验中心	未采纳。文中已标注“除非另有说明，均指分析纯试剂”。

9	4.2.2	$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=2.0 \text{ mol/L}$ 用移液管移取 108.7 mL 浓硫酸, 将浓硫酸沿烧杯壁缓缓滴入水中, 并不断搅拌, 冷却室温后定容至 1000 mL。 改为 “ $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=2 \text{ mol/L}$ 。 量取 110 mL 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。”	河南省化工产品质量监督检验中心	采纳。
10	4.2.3	氢氧化钠溶液 { $w[\text{NaOH}]=1\%$ }。 储存于试剂瓶中。 改为 “氢氧化钠溶液, 10 g/L。” 储存于塑料瓶中。	河南省化工产品质量监督检验中心	采纳。
11	4.2.4	重铬酸钾标准溶液, 优级纯, $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1 \text{ mol/L}$ 。 将重铬酸钾于 130 °C 烘干 3 h, 在干燥器中冷却至室温, 称取 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。 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 °C 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	采纳。
12	4.2.5	将事先经 130 °C 干燥过的重铬酸钾 19.614 g 溶于水中 (必要时可加热) 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	采纳。
13	4.2.7	硫酸亚铁铵标准溶液 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, 避免经常标定。 硫酸亚铁铵标准溶液滴定至由橙色经绿色变为砖红色为终点。 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	未采纳。硫酸亚铁铵标准溶液的确是做滴定的, 但通常的提法是 “标准溶液”, 而不是 “标准滴定溶液”。

14	4.3.4	pH 计, 精度 0.01 改为“pH 计, 精度 0.1pH 单位”(后面数据要求小数点后 1 位)	河南省化工产品质量监督检验中心	未采纳。现有 pH 计精度可达 0.01。
15	4.4.1	固体试样经多次缩分后, 取出 200 g, 将其研磨全部过 80 目孔径筛, 混合均匀后置于干燥样品瓶中, 备用。 改为“将试样经多次缩分至 200g, 将其研磨(粉碎)全部通过 80 目(0.177mm)孔径筛, 置于洁净、干燥样品瓶中。”	河南省化工产品质量监督检验中心	未采纳。80 目筛的孔径即为 0.177mm, 不必特别标出。
16	4.4.5	硫酸亚铁铵标准溶液 改为“硫酸亚铁铵标准溶液”	河南省化工产品质量监督检验中心	采纳。
17	4.4.6	(空白和样品在同一批次进行氧化)。 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	采纳。
18	5	硫酸亚铁铵标准溶液 改为“硫酸亚铁铵标准滴定溶液”	河南省化工产品质量监督检验中心	不采纳。理由同第 19 条意见。
19	6	平行测定结果的相对差值不大于 3.0%, 不同实验室测定结果的相对差值不大于 4.0%。 改为“平行测定结果的绝对差值不大于 1.0%, 不同实验室测定结果的绝对差值不大于 2.0%。”(在编制说明中的平行测定结果的绝对差值只有一个数据大于 1.0%)	河南省化工产品质量监督检验中心	未采纳。编制说明中的数据未包含实验室间结果。
20	4.4.1	在样品制备中提到 GB/T 6679 标准, 应该删去。那是采样通则, 而这里是采样后的样品处理。	河南省化工产品质量监督检验中心	采纳。
21	3.1	腐植酸 humic acid 腐植酸类物质中分子量较大, 具有芳香族、脂肪族及多种官能团特征结构的, 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。 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。 应改为: 腐植酸(英文名称 humic	农业部优质农产品开发服务中心	未采纳。我们所作出的定义是将腐植酸与黄腐酸分开的, 这里指的腐植酸不包括黄腐酸。首先在溶解性上, 黄腐酸可溶于酸、碱、水, 而腐植酸仅溶于碱, 而不溶于酸和水, 这是二者在溶解性上的显著区别; 第二, 黄腐酸分子量

		acid, 简称 HA)是天然大分子有机聚合物,主要组分为黄腐酸、棕腐酸、黑腐酸等,含有多种活性基团——羧基、酚羟基、醇羟基、醌基、羰基等,具有络(螯)合、吸附、渗透、粘结、交换、稀释、缓释、稳定、表面活性等物理、化学特性和生物活性。该定义应与农大教科书一致,也应与“腐植酸十二五规划”定义一致。		较小,而腐植酸分子量较大,这也决定了二者在理化性质上的显著区别;第三,从生产实践上看,黄腐酸主要用于叶面肥,其价值较高,腐植酸用作底肥、有机肥,相对价值较低。从以上几方面,我们认为将黄腐酸与腐植酸合并在一起是不合理的,所以我们将腐植酸做出定义。
22	3.2	<p>矿物源腐植酸 humic acid from mineral source</p> <p>风化煤、褐煤、泥炭等有机矿物所含的腐植酸。由风化煤和褐煤制取的腐植酸称为煤炭腐植酸,泥炭制取的腐植酸称为泥炭腐植酸。“等有机矿物”涵盖过广。</p> <p>应改为:矿物源腐植酸 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。</p>	农业部优质农产品开发服务中心	未采纳。本标准的矿物源腐植酸定义更加简单、明了。
23	4.2	<p>试剂按市售、制备溶液、指示剂的顺序编排。</p> <p>HG/T 2843 中有的溶液在本标准中可不列出制备方法。</p> <p>重铬酸钾标准滴定溶液直接配置时应使用基准试剂</p>	山东省化工研究院	采纳。
24	4.4.3	<p>沉淀:“最后用氢氧化钠溶液(4.2.3)溶解沉淀并收集洗脱碱液,定容至100 mL(V2)”操作过程描述不详细,建议改为:“沉淀物转移至100ml烧杯中,用氢氧化钠溶液(4.2.3)溶解,转移至100ml容量瓶中,用氢氧化钠溶液(4.2.3)稀释至刻度(溶液中滤纸碎屑时,应过滤)。”</p>	山东省化工研究院	未采纳。这样处理会引入有机物,同时将沉淀再次转移至烧杯中会再次损失腐植酸,且增加一次过滤,过程繁琐。

25	5	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	未采纳。标准中对 0.003 的表述已经很清楚,再用碳 C(1 / 4) 的毫摩尔质量的数值容易造成理解上的困难。
26	全文	无	四川大学化工学院、江西金利达钾业有限责任公司、天脊煤化工集团股份有限公司、安徽六国化工股份有限公司、营口菱镁化工集团有限公司、国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司	

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。