

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

腐植酸复合肥料

Humic acid-inorganic compound fertilizer

(送审稿)

(本稿完成日期：2015-11-25)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

前 言

本标准按照GB/T1.1-2009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磷复肥分技术委员会(SAC/TC105/SC3)归口。

本标准起草单位：

主要起草人：

本标准为首次制定。

腐植酸复合肥料

1 范围

本标准规定了腐植酸复合肥料的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、包装、标识、运输和贮存。

本标准适用于以风化煤、褐煤、泥炭为腐植酸原料经活化与无机肥料制得的腐植酸复合肥料。

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。

GB/T 6274 肥料和土壤调理剂术语

GB/T 6678-2003 化工产品采样总则

GB/T 6679-2003 固体化工产品采样通则

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 8569 固体化学肥料包装

GB/T 8571 复混肥料实验室样品制备

GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法

GB 15063-2009 复混肥料(复合肥料)

GB/T 17767.1 有机-无机复混肥料的测定方法 第1部分 总氮含量

GB/T 8573 复混肥料中有效磷含量的测定

GB/T 17767.3 有机-无机复混肥料的测定方法 第3部分 总钾含量

GB/T 24890-2010 复混肥料中氯离子含量的测定

GB/T 22924 复混肥料（复合肥料）中缩二脲含量的测定

GB/T 11957-2001 煤中腐植酸产率测定方法

GB/T 23349 肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB 18877-2009 有机-无机复混肥料

GB/T 24891 复混肥料粒度的测定

HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、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

由动植物残体，主要是植物的残体，经过微生物的分解和转化，以及经地球物理、化学的一系列相互作用形成的一类富含羧基、酚羟基、甲氧基等含氧官能团的芳香族无定形高分子化合物的混合物。

3.2

腐植酸复合肥料 humic acid-inorganic compound fertilizer
以风化煤、褐煤、泥炭为腐植酸原料经活化与无机肥料制得的腐植酸复合肥料。

3.3

总腐植酸 total humic acid
用焦磷酸钠碱液可直接抽提得到的腐植酸。

3.4

活化腐植酸 activated humic acid
用极性为中性的溶剂抽提得到的腐植酸，用于表征样品中腐植酸活化的程度。本标准中以0.1 mol/L 柠檬酸-柠檬酸钠的混合溶液(pH 6~7)为抽提剂。

4 要求

- 4.1 外观：黑色、褐色颗粒，无机械杂质。
- 4.2 腐植酸复合肥料应符合表 1 的要求，同时应符合包装容器上的标明值。

表1 腐植酸复合肥料的要求

项 目		指标			
		高浓度	中浓度	低浓度	
总养分（N+P ₂ O ₅ +K ₂ O）质量分数 ^a /%		≥	40.0	30.0	25.0
水溶性磷占有有效磷百分率 ^b /%		≥	60.0	50.0	40.0
活化腐植酸含量（以质量分数计）/%		≥	1.2	2.0	3.0
总腐植酸含量（以质量分数计）/%		≥	2.5	4.5	6.0
水分(H ₂ O)质量分数 ^c /%		≤	2.0	2.5	5.0
粒度（1.00mm～4.75mm 或 3.35mm～5.60mm） ^d /%		≥	90.0		
氯离子的质量分数 ^e /%	未标“含氯”的产品	≤	3.0		
	标识“含氯（低氯）”的产品	≤	15.0		
	标识“含氯（中氯）”的产品	≤	30.0		

^a 标明量的单一养分含量不得低于 4.0%，且单一养分测定值与标明值负偏差的绝对值不得大于 1.5%。

^b 以钙镁磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥并在包装容器上注明为“枸溶性磷”时，“水溶性磷占有有效磷百分率”项目不做检验和判定。若为氮、钾二元肥料，“水溶性磷占有有效磷百分率”项目不做检验和判定。

^c 水分以出厂检验数据为准。

^d 指出厂检验数据，当用户对粒度有特殊要求时，可由供需双方协议确定。

^e 氯离子的质量分数大于 30%的产品，应在包装袋上标明“含氯（高氯）”，标识“含氯（高氯）”的产品氯离子质量分数可不作检验和判定。

4.3 重金属含量应符合 GB/T 23349 的要求。

4.4 缩二脲应符合供需双方约定的要求。

5 试验方法

警告—试剂中的重铬酸钾及其溶液具有氧化性，硫酸及其溶液和氢氧化钠溶液具有腐蚀性，相关操作应在通风橱内进行。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安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

5.1 一般规定

本标准中所用试剂、水和溶液的配制，在未注明规格和配制方法时，均应按 HG/T 2843 规定执行。

5.2 外观

目测。

5.3 总氮含量

按 GB/T 17767.1 规定的方法执行。

5.4 有效五氧化二磷含量和水溶性磷占有效磷百分率

按 GB/T 8573 规定的方法执行。

5.5 总氧化钾含量的测定

按 GB/T 17767.3 规定的方法执行。

5.6 活化腐植酸含量的测定

活化腐植酸分为活化棕黑腐植酸和活化黄腐酸，采用重量法测定。其中活化棕黑腐植酸含量测定采用溶剂溶解酸沉淀重量法测定，活化黄腐酸含量采用溶剂溶解酸沉淀滤液树脂法测定，测得的活化棕黑腐植酸含量与活化黄腐酸含量之和即为活化腐植酸含量。

活化棕黑腐植酸按附录 A 规定的方法，活化黄腐酸的检测方法按附录 B 规定的方法。

5.7 总腐植酸含量的测定

按活化腐植酸的测定方法执行，只是抽提剂采用碱性焦磷酸钠抽提液，配制方法按 GB/T 11957-2001 中 4.2.1 规定的方法执行。

5.8 水分

按 GB/T 8576 规定的方法执行。

5.9 粒度测定 筛分法

按 GB/T 24891 规定的方法执行。

5.10 氯离子含量的测定

按 GB/T 24890-2010 规定的方法执行。

5.11 砷、镉、铅、铬和汞含量测定

按GB/T 23349规定执行。

5.12 缩二脲含量的测定

按 GB/T 22924 进行测定。以液相色谱法为仲裁法。

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

产品检验分出厂检验和型式检验，重金属为型式检验项目，表 1 中氯离子的质量分数为型式检验项目，其余为出厂检验项目。型式检验项目在下列情况时，应测定：

- 新产品设计定型鉴定及批试生产定型鉴定；
 - 正式生产时，原料、工艺及设备发生变化；
 - 正式生产时，定期或积累到一定量后，应周期性进行一次检验；
 - 国家或地方质量监督机构提出型式检验要求时。
- 缩二脲的质量分数在供需双方有约定时进行检验。

6.2 组批

产品按批检验，按 1 天或 2 天的产量为一批，最大批量为 1000t。

6.3 采样方案

6.3.1 袋装产品

不超过512袋时，按表2确定采样袋数；大于512袋时，按式（1）计算结果确定最少采样袋数，如遇小数，则进为整数。

$$n = 3 \times \sqrt{N} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

n——最少采样袋数。

N——每批产品总袋数。

按表2或式（1） 计算结果随机抽取一定袋数，用采样器沿每袋最长的对角线插入至袋的3/4处，每袋取出不少于100 g样品，每批采取总样品量不少于2 kg。

6.3.2 散装产品

按 GB/T 6679-2003 规定执行。

表2 采样袋数的确定

总袋数	最少采样袋数	总袋数	最少采样袋数
1~10	全部	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

6.4 样品缩分及制备

6.4.1 样品缩分

将采取样品迅速混匀，用缩分器或四分法将样品缩分至约1 kg，再缩分成两份，分装于两个洁净、干燥的500 mL具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中（生产企业质检部门可用洁净干燥的塑料自封袋盛装样品），密封并贴上标签，注明生产企业名称、产品名称、批号或生产日期、取样日期和取样人姓名，一瓶做产品质量分析，另一瓶保存两个月，以备查用。

6.4.2 样品制备

由6.4.1中取一瓶样品，经缩分后取出约100 g样品，迅速研磨至全部通过0.50 mm孔径试验筛子（如样品潮湿或很难粉碎，可研磨至全部通过1.00 mm孔径试验筛），混匀，置于洁净、干燥的瓶中，做成分分析，余下样品供粒度测定用。

6.5 结果判定

6.5.1 本标准中产品质量指标合格判断，采用 GB/T 8170-2008 中“修约值比较法”。

6.5.2 出厂检验的结果全部符合本标准表 1 的技术要求时，则判定该批产品合格。

6.5.3 如果生产企业出厂检验结果中有一项指标不符合本标准的要求时，应重新自二倍量的包装袋中采取样品进行检验，重新检验结果中，即使只有一项指标不符合本标准的要求时，则判该批产品不合格。

6.5.4 每批检验合格的出厂产品应附有质量证明书，其内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、批号或生产日期、总养分、配合式或主要养分含量、氯离子含量、缩二脲含量、本标准号 and 法律法规规定应标注的内容。以钙镁磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥的产品应注明为“枸溶性磷”，并应注明是否为“硝态氮”或“尿素态氮”。

7 标识

7.1 应在产品包装容器正面标明产品名称，同时标明总养分、总腐植酸含量、活化腐植酸含量。

7.2 产品如含有硝态氮，应在包装容器正面标明“含硝态氮”。

7.3 以钙镁磷肥等枸溶性磷肥为基础磷肥的产品应在包装容器上标明为“枸溶性磷”。

7.4 氯离子的质量分数大于 3.0%的产品，应根据 4.2 要求的“氯离子的质量分数”，用汉字明确标注“含氯（低氯）”、“含氯（中氯）”或“含氯（高氯）”，而不是标注“氯”、“含 Cl”或“Cl”等。标明“含氯”产品，包装容器上不应有忌氯作物的图片，也不能有硫酸钾（型）、硝酸钾（型）、硫基等容易导致用户误认为不含氯的标识。有含氯（高氯）的产品应在包装容器上标明产品的适用作物品种和“使用不当会对作物造成伤害”的警示语。

7.5 含有尿素态氮的产品应在包装容器上标明以下警示语：“含缩二脲，使用不当会给作物造成伤害”。使用方法、适宜作物及不适宜作物。

7.6 产品的包装容器上应有使用说明，内容包括：警示语（如“氯含量较高，含缩二脲，使用不当会给作物造成伤害”等）、使用方法、建议施用量等。

7.7 每袋净含量应标明单一数值，如 25 kg、40 kg 或 50 kg 等。

7.8 其余应符合 GB 18382。

8 包装、运输和贮存

8.1 产品用符合 GB 8569 规定的材料进行包装，包装规格为 50 kg、40 kg、25 kg 或 10 kg，每袋净含量允许范围分别为 (50 ± 0.5) kg、 (40 ± 0.4) kg、 (25 ± 0.25) kg、 (10 ± 0.1) kg，每批产品平均每袋净含量不得低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、10.0 kg。当用户对每袋净含量有特殊要求时，可由供需双方协商解决，以双方合同规定为准。

8.2 在标明的每袋净含量范围内的产品中有添加物时，必须与原物料混合均匀，不得以小包装形式放入包装袋中。

8.3 在符合 GB 8569 规定的前提下，宜使用经济实用型包装。

8.4 产品应贮存于场地平整、阴凉干燥处。产品在运输过程中应防潮、防晒、防破损。

附录 A (规范性附录)

腐植酸复合肥料中活化棕黑腐植酸含量测定 重量法

A.1 方法提要

用pH 6~7的柠檬酸-柠檬酸钠的混合液抽提剂从样品中抽提腐植酸，得到活化腐植酸钠溶液，再以过量的无机酸沉淀棕黑腐植酸，洗涤、干燥并称量沉淀物，并用灼烧残渣加以校正。沉淀物经灼烧残渣校正后占样品重量的百分比即为活化棕黑腐植酸含量。

滤液收集保存用于测定活化黄腐酸含量。

A.2 试剂

A.2.1 柠檬酸溶液 $c(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 0.1 \text{ mol/L}$ ：称取21.01 g分析纯柠檬酸 $(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O})$ (GB/T 9855)加水溶解，定容至1000 mL容量瓶中，摇匀。

A.2.2 柠檬酸钠溶液 $c(\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.1 \text{ mol/L}$ ：称取29.41 g分析纯柠檬酸钠 $(\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ (GB/T 16493)加水溶解，定容至1000 mL容量瓶中，摇匀。

A.2.3 柠檬酸-柠檬酸钠抽提液(pH 6~7) $c = 0.1 \text{ mol/L}$ ：取70 mL 0.1 mol/L柠檬酸溶液(A.2.1)与930 mL 0.1 mol/L柠檬酸钠溶液(A.2.2)，混合摇匀。

A.2.4 盐酸(GB/T 622)分析纯，36-38%。

A.2.5 盐酸溶液 $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$ ：将83.2 mL浓盐酸(A.2.4)用水稀释后，转入1000 mL的容量瓶中，定容摇匀。

A.3 仪器设备

A.3.1 分析天平：感量0.000 1 g。

A.3.2 恒温水浴：4孔或4孔以上，控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

A.3.3 恒温干燥箱：温度能控制在 $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

A.3.4 离心机：最低转速2000 r/min，离心杯容积大于400 mL。

A.3.5 马弗炉：控温精度 $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

A.3.6 定量滤纸：直径18 cm慢速滤纸。

A.3.7 带磨口塞的称量瓶：直径50 mm，高30 mm。

A.3.8 圆底瓷坩埚：30 mL。

A.3.9 pH计：精度 ± 0.01 。

A.4 测定步骤

A.4.1 溶解抽提

从按GB/T 8571制得的试样中,称取含总腐植酸约250 mg的样品5.0~10.0 g(称准到0.000 2 g)于250 mL锥形瓶中,加入柠檬酸-柠檬酸钠抽提液(A.2.3)100 mL,摇动使样品润湿,在锥形瓶口盖一小漏斗,置于(100±1) °C的水浴中(温度达不到时,加适量甘油调节),加热抽提1 h,每隔20 min摇动一次,使样品均匀抽提。同时做空白试验。

A.4.2 过滤

取出锥形瓶,冷却到室温,将抽提液及残渣全部转入200 mL容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀,为A液。用中速定性滤纸干过滤A液,弃去最初的约10 mL溶液,随后滤出(150-180) mL滤液,得B液,供测定棕黑腐植酸(HA_B)用。

A.4.3 离心沉淀

用50mL移液管准确吸取滤液(两次)共100mL于离心杯(A.3.4)中,缓慢加入盐酸溶液(A.2.5)调节溶液至pH=2.00,离心悬浮液,倾析上部清液,并收集。

A.4.4 过滤

预先将定量滤纸(A.3.6)和称量瓶(A.3.7)在(105-110) °C干燥箱中干燥至恒重,称重。然后将离心杯中的沉淀物完全转移到滤纸上,用水洗涤至中性,收集洗涤液与A.4.3中的清液合并,混合摇匀,为C液。

A.4.5 干燥、恒重

将沉淀物连同滤纸移至称量瓶中,于(105-110)°C干燥箱中干燥2 h。取出,先在空气中冷却(2-3) min,然后放入干燥器中冷却至室温(约20 min),称量。进行检查性干燥,直至连续两次的差值不大于0.001g,计算棕黑腐植酸干燥的重量(G₃),同时称量并计算空白干燥的重量(G₁)。

A.4.6 灼烧

将A.4.5干燥恒重过的沉淀物连同滤纸移入恒重并称量过的圆底瓷坩埚(A.3.8)中,置于马弗炉内,炉门留有(15-20) mm的缝隙。从室温升到(250-300) °C缓慢灰化,灰化后关闭炉门,在(815±10) °C下灼烧1 h。从马弗炉中取出坩埚,然后在空气中冷却5 min,再放入干燥器中冷却至室温(约20 min)后称重,进行检查性灼烧,直至连续两次的差值不大于0.001 g,计算棕黑腐植酸的灼烧残渣的重量(G₄)及空白灼烧残渣的重量(G₂)。

A.4.7 结果计算

活化棕黑腐植酸含量(HA_{B,ad})以质量百分数(%)表示,按式(A.1)计算

$$HA_{B,ad} = \frac{(G_3 - G_4) - (G_1 - G_2)}{G} \times \frac{V_1}{V} \times 100 \dots \dots \dots (A.1)$$

式中:

- G₃——棕黑腐植酸干燥后质量的数值,单位为克(g);
- G₄——棕黑腐植酸灼烧残渣质量的数值,单位为克(g);
- G₁——空白试验干燥后质量的数值,单位为克(g);
- G₂——空白试验灼烧残渣质量的数值,单位为克(g);
- V₁——测定时所取部分试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- G——试料质量的数值,单位为克(g);

V ——试样溶液体积的数值，单位为毫升（mL）。

A. 4. 8 允许差

表A. 1

HA _{B,ad} %	同一化验室/ad%	不同化验室/ad%
<1.5	0.10	0.15
≥1.5	0.15	0.20

A. 4. 9 注意事项

A. 4. 9. 1 抽提残渣转移及初次洗涤时应十分小心操作，以免穿滤。

A. 4. 9. 2 洗涤残渣时，洗水量及洗涤次数应尽量保持一致。

A. 4. 9. 3 残渣灰化起始温度应低于300℃，以免使滤纸着火燃烧。

A. 4. 9. 4 洗涤HA沉淀物时，洗涤次数不要太多，切勿使其胶溶而穿滤，允许残留少量无机盐，可用G4校正。

附 录 B
(规范性附录)

腐植酸复合肥料中活化黄腐酸含量测定 重量法（树脂法）

B.1 方法提要

样品经pH 6~7的柠檬酸-柠檬酸钠的中性混合液抽提，得到活化腐植酸钠溶液，去除不溶物，再以过量的无机酸沉淀棕黑腐植酸，未沉淀的溶液部分包含黄腐酸。溶液中黄腐酸经大孔选择性吸附树脂吸附，再用氢氧化钠溶液脱附，洗脱液干燥称重并经灼烧残渣校正，得到活化黄腐酸重量。由此得到的黄腐酸重量占试样重量的百分比即为活化黄腐酸含量。

B.2 试剂和材料

- B.2.1 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH})=1\%$ ：称取10 g氢氧化钠（B.2.1），溶于1000 mL水中，摇匀。
- B.2.2 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$ ：称取40g氢氧化钠（B.2.1）溶于水，于1000 mL容量瓶中定容，摇匀。
- B.2.3 盐酸溶液 $c(\text{HCl})=1\text{ mol/L}$ ：将83.2 mL盐酸（B.2.4）用水稀释后，转入1000 mL容量瓶中，定容摇匀。
- B.2.4 DAX-8/XAD-8大孔吸附树脂（甲基丙烯酸酯树脂）：40~60目，孔容 0.79 mLg^{-1} ，平均孔径 225 \AA ，比表面 $160\text{ m}^2\text{g}^{-1}$ 。
- B.2.5 强酸型阳离子交换树脂（氢型）：001×7型

功能基	$-\text{SO}^3-$
全交换量质量全交换量	$\geq 4.5\text{ mmol/g}\cdot(\text{干})^*$
体积全交换量	$\geq 1.8\text{ mmol/mL}(\text{湿})^*$
粒度(0.315—1.25mm)	$\geq 95\%$
含水量	46%~52%
湿真密度	(1.24~1.28) g/mL
湿视密度	(0.77~0.87) g/mL
磨后圆球率	$\geq 95\%$
转型膨胀率($\text{Na}^+ \rightarrow \text{H}^+$)	(8~10)%
最高使用温度	H型 100°C Na^+ 120°C
pH使用范围	1~14
出厂型式	Na^+

*计量单位以mmol/g和mmol/mL计，对其组成离子按一价计，数值与meq/g和meq/mL计时相等。

B.3 仪器设备

- B.3.1 分析天平：感量0.000 1 g。

B.3.2 恒温干燥箱：温度能控制在 $(108 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

B.3.3 马弗炉：控温精度 $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

B.3.4 蠕动泵。

B.3.5 分光光度计。

B.3.6 pH计。

B.3.7 旋转蒸发器。

B.3.8 圆底瓷坩埚：50 mL。

B.3.9 玻璃树脂柱：

B.3.9.1 4cm×25cm DAX-8/XAD-8

B.3.9.2 5cm×60cm 强酸性阳离子交换树脂（氢型）。

B.4 测定步骤

B.4.1 树脂预处理

B.4.1.1 大孔树脂 DAX-8 /XAD-8

新树脂预处理：用乙醇或丙酮连续洗涤数次，洗至加适量水至无白色浑浊现象，乙醇浸泡 24h，使充分溶胀，水洗至中性，盐酸溶液酸洗，水洗至中性，氢氧化钠溶液（B.2.2，下同）碱洗，水洗至中性，装柱，再用蒸馏水洗至无醇味即可。

树脂再生：用稀酸、稀碱依次浸泡，水洗至中性，装柱后用乙醇（浓度逐渐增大）冲洗，水洗脱至无醇味即可上样。

B.4.1.2 强酸性阳离子交换树脂

将准备装柱用的新树脂，先用热水（清洁的自来水即可）反复清洗，阳离子交换树脂可用 $(70\sim 80)^\circ\text{C}$ 热水开始浸洗时，每隔约15 min换水一次，浸洗时不要搅动，换水4~5次后可隔约30 min换水一次，总共换水7~8次，浸洗至浸洗水不带褐色，泡沫很少为止。

水洗后，再经酸碱处理，处理步骤如下：

- （1）用盐酸溶液缓慢流过树脂，用量约为强酸阳树脂体积的2~3倍，每小时1.5倍床层体积流过。
- （2）用水冲洗，出水pH值为5左右。
- （3）用氢氧化钠溶液流过树脂，用量及流速与（1）相同。
- （4）用水冲洗至出水pH值为9左右。
- （5）用1 mol/L盐酸或硫酸，将树脂转换成H-型，用量为树脂体积的3~5倍，流速与（1）相同。
- （6）酸液流完后，用去离子水冲洗至出水pH值为6以上时，即可投入使用。

B.4.2 吸附

B.4.2.1 由A.4.4得到的C液，用蠕动泵低压打到DAX-8/XAD-8色谱柱顶部，缓缓流过树脂，流速控制在 $(10\sim 20)\text{cm/min}$ 。

B.4.2.2 树脂柱用去离子水清洗，直到流出水的吸光度与新鲜去离子水在350 nm处的吸光度一致（pH为中性），用去离子水校准分光光度计的零点。

B.4.3 脱附

蠕动泵将氢氧化钠溶液(B.2.2)打到DAX-8/XAD-8色谱柱顶部,缓缓流过树脂,流速控制在(8~13)cm/min。将已吸附的黄腐酸洗脱下来,直到洗脱液在350 nm处的吸光度与新鲜1% NaOH溶液的吸光度一致,同样的,用氢氧化钠溶液(B.2.2)校准分光光度计的零点,洗脱液为D液。

B.4.4 洗脱液浓缩、干燥

洗脱液D液置于旋转蒸发器内浓缩至约(15~20)mL,将浓缩液全部转移至预先恒重并称重的50mL圆底瓷坩埚(B.3.8)中,于(105~110)℃干燥箱中干燥2h。取出,先在空气中冷却(2~3)min,然后放入干燥器中冷却至室温(约20 min),称量。检查性干燥,直至连续两次的差值不大于0.001 g,计算黄腐酸干燥的重量(G_5),同时称重并计算空白干燥的重量(G_7)。

B.4.5 灼烧

将B.4.4干燥恒重过的沉淀物连同圆底瓷坩埚中,置于马弗炉内,炉门留有(15~20)mm的缝隙。从室温升到(250~300)℃缓慢灰化,关闭炉门,在(815±10)℃下灼烧1h。取出后在空气中冷却5 min,再放入干燥器中冷却至室温(约20 min)后称重。进行检查性灼烧,直至连续两次的差值不大于0.001 g。计算黄腐酸灼烧残渣的重量(G_6)及空白灼烧的重量(G_8)。

B.4.6 结果计算

活化黄腐酸含量(FA_{ad})以质量百分数(%)表示,按式B.1计算

$$FA_{ad} = \frac{(G_5 - G_6) - (G_7 - G_8)}{G} \times \frac{V_1}{V} \times 100 \dots \dots \dots (B.1)$$

式中:

- G_5 ——黄腐酸干燥后质量的数值,单位为克(g);
- G_6 ——干燥黄腐酸灼烧残渣质量的数值,单位为克(g);
- G_7 ——空白试验干燥后质量的数值,单位为克(g);
- G_8 ——干燥空白灼烧残渣质量的数值,单位为克(g);
- V_1 ——测定时所取部分试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- G ——试料质量的数值,单位为克(g);
- V ——试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

B.4.7 允许差:

表B.1 允许差

$FA_{ad}/\%$	同一化验室/ad%	不同化验室/ad%
<1.0	0.05	0.08
≥1.0	0.08	0.15

B.4.8 注意事项

B.4.8.1 旋转蒸发器中的浓缩液转移至坩埚中时应十分小心操作,小心洗涤旋转蒸发器内壁,避免损失。

B.4.8.2 洗脱树脂柱吸附的黄腐酸时,样品和空白试验中氢氧化钠洗涤液用量及洗涤次数应保持一致。

B.4.8.3 残渣灰化起始温度应低于300℃,以免着火燃烧。