

ICS 65.080
G 21

DB21

辽 宁 省 地 方 标 准

DB21/T 2499—2015

腐殖酸复混肥料

humic acid compound fertilizers

2015-07-17 发布

2015-09-17 实施

辽宁省质量技术监督局 发布

前 言

本标准遵照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由辽宁普天科技有限公司提出。

本标准辽宁省农村经济委员会归口。

本标准起草单位：辽宁普天科技有限公司、辽宁省标准化研究院。

本标准主要起草人：杨丽辉、王安、邹德乙、张征、纪小辉、陶晓丹、张美丽、郭书利。

本标准为首次发布。

腐殖酸复混肥料

1 范围

本标准规定了矿物源腐殖酸复混肥料的技术要求、检测方法、检验规则、标识、包装、运输、贮存。

本标准适用于以矿物源腐殖酸为原料，通过活化处理而制成的腐殖酸复混肥料。

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 191	包装储运图示标志
GB 18877	有机-无机复混肥料 汞、砷、镉、铅、铬的限制，汞、砷、镉、铅、铬含量的测定
GB/T 6679	固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	固体肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法
GB/T 17767	有机无机复混肥料中总氮、总磷、总钾含量的测定
HG/T 2843	化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、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

矿物源腐殖酸 humic acid from mineral source

风化煤、褐煤、泥炭等有机矿物所含的腐殖酸。由风化煤和褐煤制取的腐殖酸称为煤炭腐殖酸，泥炭制取的腐殖酸称为泥炭腐殖酸。

3.2

腐殖酸复混肥料 humic acid organic compound fertilizers

以矿物源腐殖酸为原料，在一定条件下活化处理并加入两种或两种以上标明量养分制成的肥料。

3.3

可溶性腐殖酸 soluble humic acid

矿物源腐殖酸肥料和腐殖酸盐加水后呈离子态的腐殖酸。可溶性腐殖酸是衡量腐殖酸肥料和腐殖酸盐产品应用性能的主要质量指标。

4 要求

4.1 外观：均匀的粉状或颗粒。

4.2 产品技术指标应符合表 1 的要求

表1

项 目	产品形态及类型	
	颗粒	粉体
粒度（1.00mm-4.75mm 或3.35mm-5.60mm），°/%	≥70	/
可溶性腐殖酸含量，%	≥5	≥5
大量元素含量，%	≥25	≥25
氯（CL）含量，%	≥3 必须在包装上标注	
pH（1:250倍稀释）	5~10	
水分含量（H ₂ O），%	≤15	
注：大量元素含量是指N、P ₂ O ₅ 、K ₂ O 含量之和。其中大量元素单一养分含量不低于4%。		

4.3 腐殖酸复混肥料中汞、砷、镉、铅、铬限量指标应符合 GB/T 23349 的要求。

5 检测方法

5.1 外观

目测法测定。

5.2 试样制备

取腐殖酸复混肥样品经多次缩分，取约 200 g 样品，将其研磨（粉碎）至全部过 80 目标准筛，置于洁净、干燥样品瓶中，于室温条件下保存。

5.3 可溶性腐殖酸含量的测定（重量法）

5.3.1 方法提要

在一定温度下水提取腐殖酸复混肥中的可溶性腐殖酸盐，然后用一定量的酸将抽提液酸化到一定 pH 值后，用定量滤纸过滤，用一定量水，少量多次洗涤沉淀，将沉淀在真空干燥箱中干燥至恒重，称重计算可溶性腐殖酸含量。

5.3.2 试剂和材料

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，均应符合 HG/T 2843 的规定。

5.3.2.1 硫酸：分析纯 $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ 。

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

量取 110 mL 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。

5.3.3 仪器

5.3.3.1 通常实验室仪器。

5.3.3.2 电热恒温真空干燥箱：温度可控制在 (105 ± 2) °C。

5.3.3.3 可调电炉：功率范围在 0~2000 W。

5.3.3.4 箱式电阻炉：温度可控制在 (815 ± 10) °C。

5.3.3.5 分析天平：感量 0.0001。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 提取

称取固体试样 2 g~5g (精确至 0.000 1 g)，于 300 mL 锥形瓶中，加蒸馏水 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，用水洗至滤液无色，合并滤液于锥形瓶中，备用。

5.3.4.2 酸化沉淀

向锥形瓶中滤液加适量硫酸 (5.2.2.1) 后，再用硫酸溶液 (5.2.2.2) 调节滤液 pH 值为 1，混匀后静置 30 min，用定量滤纸干过滤 (过滤时沉淀物不宜分散，尽量在滤纸底部)。将滤纸上的沉淀物用约 100 mL 水少量多次洗涤，至滤液 pH 值不变。

5.3.4.3 测定

将滤纸和沉淀物一起移入真空干燥箱中，在 60-80 °C 下进行真空干燥，直至恒重 (m_1)。

5.4.4.4 灰分测定

将 5.4.4.3 中所得的腐殖酸连同滤纸一起放入已经在马弗炉中灼烧恒重的陶瓷坩埚中，在 300 °C 烧至无烟，500 °C 碳化 30 min，在 815 °C 下灼烧 2 h，冷却称量并计算腐殖酸灰分质量 (m_2)。

5.3.5 分析结果的表述

可溶性腐殖酸含量 HA_s 其质量百分数 (%) 表示，按式 (1) 计算，取平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留到小数点后两位。

$$HA_s = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

m_1 —干燥后可溶性腐殖酸的质量，单位为克 (g)；

m_2 —灰分质量，单位为克 (g)

m —称取试样的质量，单位为克 (g)。

5.3.6 允许差

平行测定结果的相对差值不大于 5.0 %，不同实验室测定结果的相对差值不大于 6.0 %。

5.4 氮含量测定

按GB/T 17767.1 的规定执行。

5.5 磷含量测定

按GB/T 17767.2 的规定执行。

5.6 钾含量的测定

按GB/T 17767.3 的规定执行。

5.7 pH 值的测定

按NY/T 1973 的规定执行。

5.8 水不溶物含量的测定

按NY/T 1973 的规定执行。

5.9 水分含量的测定

按GB/T 8576 的规定执行。

5.10 汞含量的测定

按GB/T 23349 的规定执行。

5.11 镉含量的测定

按GB/T 23349 的规定执行。

5.12 砷含量的测定

按GB/T 23349 的规定执行。

5.13 铅含量的测定

按GB/T 23349的规定执行。

5.14 铬含量的测定

按GB/T 23349 的规定执行。

6 检测规则

6.1 产品由企业质监部门进行检验，生产企业应保证所有的销售产品均符合本标准要求。每批产品应附有质量证明书，其内容按标识规定执行。

6.2 出厂检验

产品按批检验，以一次配料为一批，最大批量为50吨。

6.2.1 每批出厂的产品应附有产品合格证或质量证明书。

6.2.2 出厂检验项目为外观、pH值和可溶性腐殖酸含量。

6.3 型式检验

每半年进行一次型式检验。

6.3.1 型式检验项目为4.2,型式检验项目在下列情况时,应进行测定:

- a 正式生产时,原料、工艺及设备发生变化;
- b 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;
- c 国家质量监督机构提出型式检验的要求时;
- d 停产6个月后重新生产时。

6.4 固体产品采样按GB/T 6679的规定执行。

6.5 将所取样品置于洁净干燥的容器中迅速混匀。分取样品500g分装于两个干燥洁净的容器中,密封并粘上标签,注明生产企业名称、产品名称、批号或生产日期、采样日期、采样人姓名。一瓶用于产品质量分析,另一瓶应保存至少两个月以上,以备复查。

6.6 生产企业进行出厂检验时,检验结果全部合格,则判产品合格。如有不合格项目,应重新在同批产品中自二倍量的包装袋中抽样进行复检。复检结果全部符合本标准要求时,产品判为合格。如还有不合格项目,则产品判为不合格。

6.7 质量指标合格的判断,采用GB/T 8170中的“修约值比较法”。

6.8 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时,应按(产品质量仲裁检测和质量鉴定管理办法)的规定执行。

7 标识

7.1 产品质量证明书应载明:

7.1.1 企业名称、生产地址、联系方式、肥料登记证号、产品通用名称、执行标准、剂型、包装规格、批号或生产日期。

7.1.2 氯含量的最高标明值;pH的标明值;汞、砷、镉、铅、铬元素含量的最高标明值。

7.2 产品包装签应载明:

7.2.1 可溶性腐殖酸含量及其的最低标明值;汞、砷、镉、铅、铬元素含量的最高标明值;标明产品净含量。

8 包装、运输和贮存

8.1 固体产品最小包装每袋净含量应不低于100g,若进行分量包装,应表明其净含量;其余按GB 8569的规定执行。净含量按定量包装商品计量监督管理办法的规定执行。

8.2 在销售的包装容器中不应附加其他成分小包装物料。

8.3 产品运输和贮运过程中应防潮、防晒、防破裂，警示说明按 GB 191 的规定执行。
