

ICS 65.080  
G 21  
备案号: 65636—2018

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5334—2018

## 黄腐酸钾

Potassium fulvate

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》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腐植酸肥料分技术委员会（SAC/TC105/SC7）归口。

本标准起草单位：山东泉林纸业有限责任公司、山东创新腐植酸科技股份有限公司、金正大生态工程集团股份有限公司、辽宁普天科技有限公司、山东泉林嘉有现代农业股份有限公司、辽宁省标准化研究院。

本标准主要起草人：李洪法、尹丽华、杜茂福、陈德清、曹洪宇、邹德乙、郭良进、杨茂峰、王安、纪小辉、李秀花、张广金。

# 黄 腐 酸 钾

## 1 范围

本标准规定了黄腐酸钾的分类、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。  
本标准适用于以风化煤、褐煤、泥炭、植物秸秆、木屑、蔗渣（液）、餐厨废弃物为原料提取或生物发酵的黄腐酸，在与氢氧化钾或其他条件下反应制成的黄腐酸钾产品。

## 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 191 包装储运图示标志  
GB/T 6679 固体化工产品采样通则  
GB/T 6680 液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 8574 复混肥料中钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法  
GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法  
GB/T 15063 复混肥料（复合肥料）  
GB 18382 肥料标识 内容和要求  
GB/T 23349 肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标  
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  
HG/T 3278 腐植酸钠  
NY/T 1108 液体肥料 包装技术要求  
NY/T 1973 水溶肥料 水不溶物含量和 pH 的测定  
NY/T 1977 水溶肥料 总氮、磷、钾含量的测定

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**黄腐酸 fulvic acid**

腐植物质中一组分子量较小，既能溶于稀碱溶液又能溶于酸和水，稀溶液呈黄色或棕黄色的含有芳香族结构且带有多种官能团的无定形有机弱酸混合物。

### 3.2

**黄腐酸钾 potassium fulvate**

以风化煤、褐煤、泥炭、植物秸秆、木屑、蔗渣（液）、餐厨废弃物为原料提取或生物发酵的黄

腐酸，在与氢氧化钾或其他条件下反应制成的产品。

3.3

矿物源黄腐酸钾 mineral potassium fulvate

以风化煤、褐煤、泥炭等为原料，在一定条件下与氢氧化钾反应制成的黄腐酸钾。

3.4

生物源黄腐酸钾 biomass potassium fulvate

以植物秸秆、木屑、蔗渣（液）、餐厨废弃物为原料，在一定条件下反应制成的黄腐酸钾。

3.5

荧光激发光谱/发射光谱 excitation spectra/emission spectra of fluorescence

对不同类型的黄腐酸钾进行定性分析，通过荧光分光光度计反复以不同的激发波长扫描其发射光谱，再以最大强度对应的发射波长扫描其激发光谱，确定最大且匹配的一组为该物质的荧光激发光谱/发射光谱，用于矿物源黄腐酸和生物源黄腐酸的定性分析。

4 分类

黄腐酸钾按照不同原料来源分为矿物源黄腐酸钾和生物源黄腐酸钾

5 要求

5.1 外观

矿物源黄腐酸钾为均匀的黑色或黑棕色的液体、粉状固体；生物源黄腐酸钾为均匀的黑色或黑棕色的液体、粒状固体，黄褐色的粉状固体。

5.2 矿物源黄腐酸钾产品技术指标

5.2.1 矿物源黄腐酸钾固体产品技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 矿物源黄腐酸钾固体产品技术指标

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
荧光激发波长、发射波长/nm	460~470，530~540		
矿物源黄腐酸含量（以干基计）/%	≥50	40	30
氧化钾（K <sub>2</sub> O）含量（以干基计）/%	≥8		
水不溶物含量（以干基计）/%	≤8		
水分/%	≤15		
pH 值（1：100 倍稀释）	4.0~11.0		

5.2.2 矿物源黄腐酸钾液体产品技术指标应符合表 2 的要求。



表 2 矿物源黄腐酸钾液体产品技术指标

项 目	指 标
荧光激发波长、发射波长/nm	460～470，530～540
矿物源黄腐酸含量/(g/L) <span>≥</span>	80
氧化钾（K <sub>2</sub> O）含量/(g/L) <span>≥</span>	15
水不溶物含量/(g/L) <span>≤</span>	50
pH 值（1：100 倍稀释）	4.0～11.0

5.3 生物源黄腐酸钾产品技术指标

5.3.1 生物源黄腐酸钾固体产品技术指标应符合表 3 的要求。

表 3 生物源黄腐酸钾固体产品技术指标

项 目	指 标	
	颗 粒	粉 状
荧光激发波长、发射波长/nm	460～470，520～530	
生物源黄腐酸含量（以干基计）/% <span>≥</span>	25	35
氧化钾（K <sub>2</sub> O）含量（以干基计）/% <span>≥</span>	10	5
水不溶物含量（以干基计）/% <span>≤</span>	6	5
水分/% <span>≤</span>	12	5
pH 值（1：100 倍稀释）	5.0～8.0	4.0～7.0
粒度（1.00 mm～4.75 mm）/% <span>≥</span>	70.0	—

5.3.2 生物源黄腐酸钾液体产品技术指标应符合表 4 的要求。

表 4 生物源黄腐酸钾液体产品技术指标

项 目	指 标
荧光激发波长、发射波长/nm	460～470，520～530
生物源黄腐酸含量/(g/L) <span>≥</span>	200
氧化钾（K <sub>2</sub> O）含量/(g/L) <span>≥</span>	60
水不溶物含量（以干基计）/(g/L) <span>≤</span>	50
pH 值（1：100 倍稀释）	4.0～7.0

5.4 砷、镉、铅、铬、汞的限量

应符合表 5 的要求。

表 5 黄腐酸钾中砷、镉、铅、铬、汞的限量要求

项 目		指 标
砷及其化合物的质量分数（以 As 计）/%	≤	0.005 0
镉及其化合物的质量分数（以 Cd 计）/%	≤	0.001 0
铅及其化合物的质量分数（以 Pb 计）/%	≤	0.020 0
铬及其化合物的质量分数（以 Cr 计）/%	≤	0.050 0
汞及其化合物的质量分数（以 Hg 计）/%	≤	0.000 5

6 试验方法

6.1 警告

试剂中的重铬酸钾溶液具有强氧化性，硫酸、硫酸溶液和氢氧化钠溶液具有腐蚀性，相关操作应在通风橱内等相应安全条件下进行，试验人员应进行适当防护。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。

6.2 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，均按 HG/T 2843 的规定执行。

除粒度外，均做两份试料的平行测定。

6.3 外观

目测法测定。

6.4 黄腐酸的定性检测——荧光光谱法

6.4.1 方法原理

物质的荧光激发光谱、发射光谱与其刚性结构、取代基、大  $\pi$  键、生色官能团等因素密切相关。不同原料提取的黄腐酸产品由于其原料结构及性质的差异，荧光峰位于不同的波长区间，单一物质仅能出现一对波峰。利用荧光分光光度计，通过黄腐酸产品的激发峰、发射峰位置可以准确地鉴别产品的性质。

6.4.2 仪器和参数

6.4.2.1 检验仪器：荧光分光光度计。

6.4.2.2 基本参数：闪烁式氙灯；PMT 电压 600 V；扫描速度 600 nm/min；激发狭缝和发射狭缝均为 5 nm。

6.4.3 分析方法

准确称取 0.1 g 样品（精确至 0.000 1 g），加入 50 mL 二次蒸馏水，摇匀，然后转移溶液至 1 cm 的比色皿中，置于荧光分光光度计上，扫描其荧光光谱。反复以不同的激发波长扫描其发射光谱，再以最大强度对应的发射波长扫描其激发光谱，确定激发、发射强度最大且匹配的一组为其荧光峰。

#### 6.4.4 荧光光谱应用

黄腐酸中的刚性结构、大  $\pi$  键等通过荧光分光光度计可激发出荧光，而且不同来源的黄腐酸其荧光激发波长和发射波长有区别，据此判定出矿物源黄腐酸和生物源黄腐酸，测定结果应用见表 1、表 2、表 3 和表 4。

### 6.5 黄腐酸含量的测定

#### 6.5.1 方法提要

用水提取试样中的黄腐酸，再用酸沉淀腐植酸，溶于酸溶液中的上部清液即为黄腐酸溶液，然后在强酸性溶液中用重铬酸钾将黄腐酸中的碳氧化成二氧化碳，根据重铬酸钾消耗量和黄腐酸的碳系数计算黄腐酸含量。金属离子影响因素用磷酸三钠去除。

#### 6.5.2 试剂和材料

6.5.2.1 硫酸： $\rho=1.84\text{ g/mL}$ 。

6.5.2.2 硫酸溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=4\text{ mol/L}$ 。

量取 110 mL 硫酸，将硫酸沿烧杯壁缓慢加入水中，并不断搅拌，冷却到室温后定容至 1 000 mL。

6.5.2.3 氢氧化钠溶液： $w(\text{NaOH})=10\text{ g/L}$ 。

称取 10 g 氢氧化钠，溶于适量水中，然后转移至 1 000 mL 的容量瓶中，定容至刻度，摇匀，贮存于塑料瓶中。注意密封、避光存放，短时间用完，勿使其生成碳酸钠。

6.5.2.4 磷酸三钠溶液： $w(\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O})=50\text{ g/L}$ 。

称取 50 g 磷酸三钠于烧杯中，加水溶解，然后转移至 1 000 mL 的容量瓶中，定容至刻度，摇匀，贮存于塑料瓶中。

6.5.2.5 重铬酸钾基准溶液： $c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)=0.1\text{ mol/L}$ 。

将重铬酸钾（基准试剂）于 130 °C 烘干 3 h，在干燥器中冷却至室温，称取 4.903 6 g 于烧杯中，加水溶解，然后转移至 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

6.5.2.6 重铬酸钾溶液： $c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)=0.4\text{ mol/L}$ 。

称取 39.23 g 重铬酸钾，溶于 600 mL~800 mL 水中，加水稀释至 1 L，贮存于试剂瓶中，备用。

6.5.2.7 邻菲罗啉-硫酸亚铁铵混合指示液。

称取 1.5 g 邻菲罗啉和 1.0 g 硫酸亚铁铵，溶于 100 mL 水中，贮存于棕色瓶中。

6.5.2.8 硫酸亚铁铵标准滴定溶液： $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]=0.1\text{ mol/L}$ 。

称取 40 g 六水硫酸亚铁铵，溶于适量的水中，加入 20 mL 硫酸（6.5.2.1），用水定容至 1 000 mL，摇匀，装入棕色瓶中，放入两条洁净的铝片，以保持溶液浓度长期稳定。

溶液的浓度按下述方法标定：准确吸取 25.0 mL 重铬酸钾基准溶液（6.5.2.5）于 250 mL 锥形瓶中，加入 70 mL~80 mL 水，小心加入 10 mL 硫酸（6.5.2.1），冷却后加入 3 滴邻菲罗啉-硫酸亚铁铵混合指示液（6.5.2.7），用待标定的硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，直至溶液由橙色转为亮绿



色，最后变为砖红色即为终点。

硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度  $c(\text{Fe}^{2+})$  按公式 (1) 计算：

$$c(\text{Fe}^{2+}) = \frac{25}{V} \times 0.1 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$c(\text{Fe}^{2+})$ ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$V$ ——滴定消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

### 6.5.3 仪器、设备

6.5.3.1 数显恒温水浴锅：六孔，温度控制范围为室温～100℃。

6.5.3.2 分析天平：感量 0.000 1 g。

6.5.3.3 pH 计：精度 0.01。

### 6.5.4 分析步骤

#### 6.5.4.1 试样的制备

##### 6.5.4.1.1 固体试样制备

称取约 100 g 经多次缩分的固体试样，将其粉碎研磨至全部过 0.2 mm 孔径试验筛，置于洁净、干燥的样品瓶中，于室温条件下保存，备用。

##### 6.5.4.1.2 液体试样制备

取液体试样，经摇动充分混匀后，迅速取出约 200 mL，置于洁净、干燥的样品瓶中，于室温条件下密闭保存，备用。

#### 6.5.4.2 黄腐酸的提取

称取 0.2 g 粉碎过的固体黄腐酸钾试料（精确至 0.000 1 g），或称取 2.0 mL 液体黄腐酸钾试料，放入 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 水。于瓶口插一小玻璃漏斗，置于沸水浴中浸提，每隔 0.5 h 摇动一次。2 h 后取出，冷却至室温，用中速定性滤纸过滤到 250 mL 容量瓶中，用适量蒸馏水将滤纸上不溶物冲洗 3 次后，加水定容至 250 mL ( $V_1$ )，摇匀，待用。

#### 6.5.4.3 待测液的制备

准确移取 100.0 mL ( $V_2$ ) 试液并转移到烧杯中，用硫酸溶液 (6.5.2.2) 调节矿物源黄腐酸钾试液 pH 值至 1.0、生物源黄腐酸钾试液 pH 值至 1.5，使腐植酸沉淀，通过中速定性滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中，用水洗涤沉淀至 pH 值近中性，定容至 250 mL ( $V_4$ )，摇匀，备用。

#### 6.5.4.4 去除金属离子

取 50.0 mL ( $V_5$ ) 酸化后的定容滤液，加入 7.5 mL 磷酸三钠溶液 (6.5.2.4)，静置 30 min 后，用中速定性滤纸过滤，用少量水多次洗涤沉淀，合并滤液后将溶液定容至 100 mL ( $V_6$ )，摇匀，备用。

#### 6.5.4.5 氧化

移取 10.0 mL ( $V_7$ ) 6.5.4.4 的待测液于 250 mL 锥形瓶中，分别加入 5.0 mL 重铬酸钾溶液



(6.5.2.6)，缓慢加入 15 mL 硫酸 (6.5.2.1)，于沸水浴中加热氧化 30 min。

6.5.4.6 滴定

将氧化后的溶液从水浴中取下，冷却至室温，加入 70 mL 水、3 滴邻菲罗啉-硫酸亚铁铵混合指示液 (6.5.2.7)，用 0.1 mol/L 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 (6.5.2.8) 滴定，溶液由橙色经绿色转变为砖红色为终点，记录硫酸亚铁铵标准滴定溶液消耗的体积 ( $V_3$ )。若滴定试样所用硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积不足滴定空白所用体积的 1/3 时，应减少称样量，重新测定。

6.5.4.7 空白试验

除不加试料外，准确移取与  $V_7$  等体积的 10.0 mL 空白液于锥形瓶中，按照 6.5.4.5~6.5.4.6 步骤进行空白试验。两次空白试验的滴定绝对差值不大于 0.05 mL 时，取其平均值用于计算 (空白和试样在同一批次进行氧化)。

6.5.4.8 分析结果的表述

黄腐酸含量 (以干基计) 的质量分数  $FA_d$ ，数值以 % 表示，按公式 (2) 计算：

$$FA_d = \frac{0.003(V_0 - V_3)c(Fe^{2+})}{km} \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{V_4}{V_5} \times \frac{V_6}{V_7} \times 100$$
$$= \frac{37.5(V_0 - V_3)c(Fe^{2+})}{km} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- 0.003——与 1.00 mL 浓度为 1.000 mol/L 的硫酸亚铁铵标准滴定溶液相当的碳含量的数值，单位为克 (g)；
- $V_0$ ——空白试验时消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- $V_3$ ——对 6.5.4.6 中待测液进行氧化、滴定时消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- $c(Fe^{2+})$ ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；
- $k$ ——黄腐酸的碳系数 (矿物源黄腐酸按 0.5 计，生物源黄腐酸按 0.45 计)；
- $m$ ——6.5.4.2 中固体试料 (干基) 或液体试料的质量的数值，单位为克 (g)；
- $V_1$ ——6.5.4.2 中待测液的定容体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- $V_2$ ——6.5.4.3 中移取 6.5.4.2 待测液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- $V_4$ ——6.5.4.3 中黄腐酸待测液的定容体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- $V_5$ ——6.5.4.4 中移取待测液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- $V_6$ ——6.5.4.4 中去除金属离子后滤液的定容体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- $V_7$ ——6.5.4.5 中移取 6.5.4.4 待测液的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

计算结果保留到小数点后 2 位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

6.5.5 允许差

平行测定结果以及不同实验室测定结果的相对差值应符合表 6 的要求。

表 6 黄腐酸测定结果允许差

黄腐酸含量/%	平行结果的相对差值/%	不同实验室测定结果的相对差值/%
<25	≤1.00	≤1.50
25~50	≤2.00	≤3.00
>50	≤3.00	≤4.00

6.6 氧化钾含量

固体黄腐酸钾按 GB/T 8574 的规定执行；液体黄腐酸钾按 NY/T 1977 的规定执行。

6.7 水不溶物含量

固体黄腐酸钾按 HG/T 3278 的规定执行；液体黄腐酸钾按 NY/T 1973 的规定执行。

6.8 水分

按 GB/T 8576 的规定执行。

6.9 pH 值

按 HG/T 3278 的规定执行。

6.10 粒度

按 GB/T 15063 的规定执行。

6.11 砷、镉、铅、铬、汞含量

按 GB/T 23349 的规定执行。

7 检验规则

7.1 产品的企业检验及判定

7.1.1 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。

7.1.2 生产企业进行出厂检验时，检验结果全部合格，则判定产品合格。如有不合格项目，应重新在同批产品中取 2 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。如仍有不合格项目，则产品判为不合格。

7.1.3 型式检验项目全部符合要求时，判该批产品合格。

7.2 出厂检验

7.2.1 产品按批检验，以一次配料为一批。固体产品最大批量为 50 t，液体产品最大批量为 300 t。

7.2.2 每批出厂的产品应附有产品合格证或质量证明书。

7.2.3 出厂检验项目为表 1、表 2、表 3、表 4 中的矿物源（生物源）黄腐酸含量、氧化钾含量、水分、pH 值、粒度（固体颗粒产品）。

### 7.3 型式检验

型式检验项目为表 1、表 2、表 3、表 4 中的荧光光谱激发波长和发射波长、水不溶物含量及 5.4 规定项目。

在有下列情况之一时，应进行型式检验：

- 新产品或者产品转厂生产的试制定型鉴定时；
- 正式生产后，如原材料、工艺有较大改变，可能影响产品质量指标时；
- 停产 6 个月后，重新恢复生产时；
- 正常生产，应按周期进行型式检验，每 6 个月至少进行一次型式检验；
- 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

### 7.4 采样方案

固体产品采样按 GB/T 6679 的规定执行，液体产品采样按 GB/T 6680 的规定执行。

### 7.5 质量指标合格的判断

采用 GB/T 8170 中的“修约值比较法”进行质量指标合格判断。

## 8 标识

8.1 产品质量证明书应载明：生产企业名称、地址、产品名称、原料种类【矿物源或生物源】、生产日期、净含量、指标值、标准编号。

8.2 产品包装袋应载明：生产或经营企业名称、地址、产品名称、原料种类【矿物源或生物源】、剂型、矿物源（生物源）黄腐酸和氧化钾含量的最低标明值、净含量、pH 值（实际值 = 标定值  $\pm 1$ ）、标准编号。矿物源黄腐酸钾还需注明产品等级，其他按 GB 18382 的规定执行。

## 9 包装、运输和贮存

9.1 产品每袋净含量分别不应低于 40.0 kg、20.0 kg、10.0 kg、1.0 kg。固体产品包装按 GB/T 8569 的规定执行；液体产品包装按 NY/T 1108 的规定执行。当用户对每袋净含量有特殊要求时，可由供需双方商定。

9.2 在销售的包装容器中不应附加其他成分小包装物料。

9.3 产品运输和贮存过程中应防潮、防晒、防破裂，警示说明按 GB/T 191 的规定执行。