

ICS 65.080
G 20
备案号:38615—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3276—2012

代替 HG/T 3276—1999

腐植酸铵肥料分析方法

Test method of humic acid ammonium fertilizer

2012-12-28 发布

2013-06-01 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—2009《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。

本标准代替 HG/T 3276—1999《腐植酸铵肥料分析方法》，与 HG/T 3276—1999 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了术语和定义；
- 增加了液体腐植酸铵分析方法；
- 分析项目符号与国际通用符号接轨；
- 增加重量法测定腐植酸铵中总腐植酸含量分析方法；
- 水溶性腐植酸的测定改为可溶性腐植酸含量和黄腐酸含量的测定；
- 采用容量法测定腐植酸铵的可溶性腐植酸和黄腐酸；
- 确定了腐植酸和黄腐酸分析的适宜 pH 条件；
- 腐植酸检测允许差由原标准的绝对差值改为相对误差；
- 增加了腐植酸铵全氮含量分析方法；
- 增加了 GB/T 8577 卡尔·费休法测定游离水；
- 增加了空气干燥基水分含量的测定；
- 增加了腐植酸铵的灰分含量测定方法；
- 增加了样品制备。

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录。

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(SAC/TC105)归口。

本标准起草单位：辽宁普天科技有限公司、国家化肥质量监督检验中心(上海)、北京澳佳肥业有限公司。

本标准主要起草人：邹德乙、刘赞、邢嘉语、储慧霞、隋小慧、曹洪宇、郭书利。

本标准于 1978 年首次发布，1999 年第一次修订。

腐植酸铵肥料分析方法

1 范围

本标准规定了腐植酸铵肥料的检验项目及分析方法。

本标准适用于以风化煤、泥炭和褐煤为原料,采用直接氨化或酸洗后氨化而制得的固体腐植酸铵或液体腐植酸铵肥料的质量检验。

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 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—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8577 复混肥料中游离水含量的测定 卡尔·费休法

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

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

腐植酸类物质 humic substances

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地球物理的化学的一系列作用累积起来的,或利用非矿物源生物质原料经人工工艺转化的一类由芳香族、脂肪族及多种官能团组成的有机弱酸混合物。

3.2

腐植酸 humic acid

腐植酸类物质中只能溶于稀碱溶液,不能溶于酸和水的一组物质,分子量较大,呈黑色或棕黑色。

3.3

黄腐酸 fulvic acid

腐植酸类物质中既能溶于稀碱溶液,又能溶于酸和水的一组物质,分子量较小,呈黄色或棕黄色。

3.4

腐植酸类肥料 humic acid fertilizers

以腐植酸类物质为基础原料生产的,含有一定标明量的作物营养成分的肥料,称为腐植酸类肥料。

3.5

腐植酸铵 humic acid ammonium

以风化煤、泥炭和褐煤为原料,采用直接氨化或酸洗后氨化而制成的腐植酸肥料。

腐植酸铵产品分为固体和液体(或溶液)两种类型;固体腐植酸铵根据生产工艺差别(是否分离除去不溶物)又分为“除去不溶物的腐植酸铵”和“没有分离除去不溶物的腐植酸铵”两种类型。

3.6

总腐植酸 total humic acid

腐植酸类产品检测中用焦磷酸钠碱液提取,再用酸沉淀的腐植酸称为总腐植酸。

3.7

可溶性腐植酸 soluble humic acid

腐植酸类产品检测中直接用水提取,再用酸沉淀的腐植酸称为可溶性腐植酸。

3.8

风干试料 air dried sample

试验样品在样品室内自然晾干,并粉碎、过筛,用于各项试验分析的试料。

3.9

烘干试料 oven-drying sample

通过 105 °C 干燥箱去除水分后的试料。

4 检测方法

警告——试剂中的重铬酸钾溶液具有强氧化性,硫酸溶液具有腐蚀性,相关操作应在通风橱内进行,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。

本标准所用的试剂、水及溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,应符合 HG/T 2843 之规定。

4.1 样品制备

4.1.1 样品风干

有的样品因含水量较高,影响分析样品的粉碎处理,应进行晾干或低温(60 °C ~ 70 °C)烘干样品处理。

将样品平铺在风干的塑料方盘或搪瓷方盘内,置于样品室内通风处自然晾干。物料较厚时可用塑料铲或木铲翻动几次以加速风干。大块物料尽可能弄碎。样品自然晾干后,装入样品瓶或自封袋中,做好标识,备用。

4.1.2 试料制备

经多次缩分后取出 4.1.1 中的风干样品约 100 g,立即粉碎至全部通过 0.50 mm 孔径的试验筛,混合均匀,置于清洁、干燥的样品瓶中,做好标识,供分析用。

4.2 水分的测定

4.2.1 方法提要

试料在(105±2) °C 的干燥箱中烘干,质量损失表示为水分。

4.2.2 仪器、设备

通常实验室仪器

4.2.2.1 电热恒温干燥箱:温度可控制在(105±2) °C;

4.2.2.2 带磨口塞玻璃称量瓶:φ70 mm×40 mm。

4.2.3 分析步骤

做两份试料的平行测定。

用预先干燥并恒重的称量瓶,称取试料 1.0 g(精确至 0.001 g),然后把盖开启,将称量瓶放入预先加热到(105±2) °C 的干燥箱中,烘 2 h 后,从干燥箱中取出称量瓶并盖上称量瓶盖,在空气中冷却 2 min~3 min 后,放入干燥器中冷却至室温(约 20 min),称量,继续干燥,每次烘 30 min,直到质量变化小于 0.001 g 或质量开始增加时为止。在后一种情况下,要采用质量增加前一次的质量为计算依据。

4.2.4 分析结果的表述

腐植酸铵应用基样品的水分 M^{ar} ,以失水量占样品的质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$M^{ar} = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

m_1 ——干燥箱烘干后试料质量的数值，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

注：腐植酸铵中空气干燥基水分 M^{ad} ，以失水量占样品风干重的质量分数(%)表示；烘干基含水量 M^d ，以失水量占样品烘干重的质量百分数(%)表示。

4.2.5 允许差

平行测定结果的绝对差值应符合表1规定。

表1 腐植酸铵中水分测定结果允许差

水分含量/%	平行测定的绝对差值/%
<20	≤0.5
≥20	≤1.0

4.3 含有易挥发性成分干扰水分测定的试料的水分测定

按 GB/T 8577 卡尔·费休法测定游离水标准测定试料的含水量 M ，然后按 4.2.4.1 或 4.2.4.2 的公式计算腐植酸铵样品水分。

4.4 灰分含量的测定

4.4.1 方法提要

试料在 (815 ± 10) °C 下灼烧至质量恒定，残留物占烘干试料的质量分数(%)即为灰分含量。

4.4.2 仪器、设备

通常实验室仪器

4.4.2.1 瓷坩埚：50 mL；

4.4.2.2 可调电炉：功率适用范围在 0~2 000 W；

4.4.2.3 箱式电阻炉：温度可控制在 (815 ± 10) °C。

4.4.3 分析步骤

4.4.3.1 低温碳化

称取试料 2.0 g~3.0 g(精确至 0.000 1 g)，放入已恒重的瓷坩埚内，轻轻振动摊平，在通风橱中用可调电炉低温碳化，开始温度不超过 100 °C，逐渐升温到 250 °C~300 °C，烧至无烟。

4.4.3.2 高温灰化

将烧至无烟的瓷坩埚移到箱式电阻炉内，在 30 min 内缓慢升温至 500 °C 保持 0.5 h，继续升温至 (815 ± 10) °C 后，再灼烧 1 h。取出后先在空气中冷却 5 min，然后放入干燥器中冷却到室温(约 20 min)，称量。

4.4.3.3 检查性灰化试验

将灰化称重后的样品再进行 0.5 h 的检查性灼烧灰化试验，直到减少的质量小于 0.001 g，或者质量开始增加时为止。在后一种情况下用质量增加前的质量为计算依据。

4.4.4 分析结果的表述

腐植酸铵中灰分 A^d (以干基计)，以质量分数(%)表示，由式(2)计算：

$$A^d = \frac{m_2}{m} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

m_2 ——灰分的质量的数值，单位为克(g)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.4.5 允许差

平行测定结果以及不同实验室测定结果的绝对差值应符合表 2 规定的数值。

表 2 灰分测定结果允许差

灰分/%	平行测定结果的绝对差值/%	不同实验室测定结果的绝对差值/%
<15	≤0.2	≤0.3
15~30	≤0.3	≤0.5
>30	≤0.5	≤0.7

4.5 总腐植酸和黄腐酸、可溶性腐植酸和黄腐酸的提取

4.5.1 方法提要

没有分离除去不溶物的固体腐植酸铵中的总腐植酸和黄腐酸用焦磷酸钠碱液提取；除去不溶物的固体腐植酸铵和液体腐植酸铵的腐植酸和黄腐酸用水提取。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 焦磷酸钠,分析纯；

4.5.2.2 氢氧化钠,分析纯；

4.5.2.3 焦磷酸钠碱液：

称取 15 g 焦磷酸钠和 7 g 氢氧化钠,溶解到 1 L 蒸馏水中,密闭保存。

4.5.3 仪器、设备

通常实验室仪器

4.5.3.1 恒温水浴:温度控制范围在室温~100℃。

4.5.4 分析步骤

做两份试料的平行测定。

4.5.4.1 没有分离除去不溶物的固体腐植酸铵肥料中总腐植酸和黄腐酸的提取、可溶性腐植酸和黄腐酸的提取。

称取没有分离除去不溶物的固体腐植酸铵肥料试料 0.2 g~0.5 g(精确到 0.000 1 g),放入 250 mL 锥形瓶中。加入焦磷酸钠碱液 100 mL,摇动使试料润湿;于瓶口插一小玻璃漏斗,置于沸水浴中,加热抽提 2 h,每隔 0.5 h 摇动一次。取出,冷却至室温,用滤纸过滤到 250 mL(V)容量瓶中,用水将滤纸上不溶物洗至中性。加水定容,摇匀,待用。

没有分离除去不溶物的固体腐植酸铵肥料中可溶性腐植酸和黄腐酸的提取同 4.5.4.2。

4.5.4.2 分离除去不溶物的腐植酸铵肥料中可溶性腐植酸和黄腐酸的提取。

称取分离除去不溶物的固体腐植酸铵肥料试料 0.2 g~0.5 g(精确到 0.000 1 g),或称取液体腐植酸铵肥料试料 2.0 g~5.0 g(精确到 0.000 1 g),放入 250 mL 锥形瓶中,加水 100 mL。于瓶口插一小玻璃漏斗,置于沸水浴中,加热抽提 2 h,每隔 0.5 h 摇动一次。取出,冷却至室温,用滤纸过滤到 250 mL(V)容量瓶中,用水将滤纸上不溶物洗至中性。加水定容,摇匀,待用。

4.6 总腐植酸、可溶性腐植酸的测定(重量法)

4.6.1 方法提要

在提取的腐植酸碱性溶液中,加入酸使腐植酸沉淀析出(黄腐酸因溶于溶液中而被分离除去),将沉淀物洗涤、干燥、称量,并灼烧残渣加以校正。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 硫酸,分析纯；

4.6.3 仪器、设备

通常实验室仪器

- 4.6.3.1 电热恒温干燥箱,温度可控制在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$;
- 4.6.3.2 离心机:最低转速为 2 000 r/min,离心管容积大于 150 mL;
- 4.6.3.3 箱式电阻炉:温度可控制在 $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$;
- 4.6.3.4 中速定量滤纸;
- 4.6.3.5 带磨口塞称量瓶: $\phi 70\text{ mm} \times 40\text{ mm}$ 。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 酸化沉淀腐植酸

做两份待测液的平行测定。

准确移取 100 mL(V_1)试液(4.5.4.1 或 4.5.4.2 中定容在容量瓶的待测液)到烧杯中,用硫酸溶液调节 pH 至 2.5,使腐植酸沉淀,离心悬浮液,倾析上部清液。

4.6.4.2 过滤、沉淀

预先将定量滤纸和称量瓶在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥箱中干燥至恒重。然后将沉淀物完全转移到滤纸上进行洗涤过滤,用水洗涤至中性。

4.6.4.3 干燥、恒重

将沉淀物连同滤纸转至称量瓶中,于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥箱中干燥 2 h。取出称量瓶先在空气中冷却 2 min~3 min,然后放入干燥器内冷却至室温(约 20 min),称量,继续干燥 0.5 h,直到质量变化不大于 0.001 g,计算沉淀物的质量(m_3)。

4.6.4.4 灼烧、灰化

将沉淀物连同滤纸移入已恒重并称量过的瓷坩埚内,在通风橱中用可调电炉低温碳化,开始温度不超过 100°C ,逐渐升温到 $250^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$,烧至无烟。

将烧至无烟的瓷坩埚移到箱式电阻炉内,在 30 min 内缓慢升温至 500°C 保持 0.5 h,继续升温至 $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ 后,再灼烧 1 h。取出后先在空气中冷却 5 min,然后放入干燥器中冷却到室温(约 20 min),称量(m_4),再进行 0.5 h 的检查性灼烧灰化试验,直到减少的质量小于 0.001 g,或者质量开始增加时为止。在后一种情况下用质量增加前的质量为计算依据。

4.6.5 分析结果的表述

腐植酸(总腐植酸或可溶性腐植酸)的质量分数 HA^d (以干基计),数值以%表示,按式(3)计算:

$$HA^d = \frac{m_3 - m_4}{m} \times \frac{V}{V_1} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_3 ——沉淀物的质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——沉淀物灼烧的灰分后质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

V ——试料溶液的总体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——测定时所取部分试料溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.6.6 允许误差

平行测定结果及不同实验室测定结果的相对误差应符合表 3 规定要求。

表 3 腐植酸测定结果允许误差

腐植酸含量/%	平行结果的相对误差/%	不同实验室测定结果的相对误差/%
<25	≤1.00	≤1.50
25~50	≤2.00	≤3.00
>50	≤3.00	≤4.00

4.7 腐植酸(总腐植酸或可溶性腐植酸含量)和黄腐酸含量的测定(容量法)

4.7.1 方法提要

在强酸性溶液中,用重铬酸钾将试料中的碳氧化成二氧化碳,根据重铬酸钾消耗量,计算试料中总碳含量。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的含量。再用总碳含量减去黄腐酸碳含量即为腐植酸碳含量,从而计算出腐植酸含量。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 焦磷酸钠:分析纯。

4.7.2.2 1,10-菲罗啉-硫酸亚铁铵混合指示液。

4.7.2.3 重铬酸钾基准溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1\text{ mol/L}$ 。

将重铬酸钾于 130 °C 烘干 3 h,在干燥器中冷却至室温,称取 4.903 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。

4.7.2.4 重铬酸钾溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.8\text{ mol/L}$ 。

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

4.7.2.5 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c(Fe^{2+})=0.1\text{ mol/L}$ 。

称取 40 g 六水硫酸亚铁铵溶于适量的水中,加入 20 mL 浓硫酸,用水稀释至 1 000 mL,摇匀,装入棕色瓶中,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。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(4.7.2.3)于 250 mL 锥形瓶中,加入 70 mL~80 mL 水和 10 mL 浓硫酸,冷却后加 3 滴 1,10-菲罗啉-硫酸亚铁铵混合指示剂,用待标定的硫酸亚铁铵标准溶液滴定,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 $c(Fe^{2+})$,以摩尔每升(mol/L)表示,按式(4)计算:

$$c(Fe^{2+}) = \frac{25.0}{V_2} \times 0.1 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$c(Fe^{2+})$ ——硫酸亚铁铵标准溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——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)。

4.7.3 仪器、设备

通常实验室仪器

4.7.3.1 恒温水浴:温度控制范围为室温~100 °C。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 待测液的制备

准确移取 100 mL(V_1)试液(4.5.4.1 或 4.5.4.2 中定容在容量瓶的待测液)两份。

其中一份直接用 250 mL(V_5)容量瓶定容(用于总碳量测定),摇匀,备用,为待测液一。

另一份移到烧杯中,用硫酸或硫酸溶液调节试液 pH 至 2.5,使腐植酸沉淀,通过滤纸过滤于 250 mL(V_5)容量瓶中,用水洗涤沉淀 pH 值近中性,定容(用于黄腐酸碳量测定),摇匀,备用,为待测液二。

4.7.4.2 氧化

分别准确移取 4.7.4.1 中两种待测液各 10.0 mL (V_6) 于两个 250 mL 锥形瓶中, 分别加入 5.0 mL 重铬酸钾溶液, 缓慢加入 15 mL 硫酸, 于沸水浴中加热氧化 30 min。

4.7.4.3 滴定

将氧化后的溶液从水浴中取下, 冷却至室温, 分别加入约 70 mL 水、3 滴 1,10-菲啰啉-硫酸亚铁铵混合指示剂, 用硫酸亚铁铵标准滴定溶液 $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]=0.1 \text{ mol/L}$ 滴定, 溶液由橙色经绿色转变为砖红色为终点。

4.7.4.4 空白试验

除不加试料外, 按照上述步骤进行空白试验。

4.7.5 分析结果的表述

4.7.5.1 腐植酸(总腐植酸或可溶性腐植酸)含量的质量分数 HA^d (以干基计), 数值以%表示, 按式(5)计算:

$$HA^d = \frac{0.003(V_3 - V_4)c(\text{Fe}^{2+})}{k_1 m} \times \frac{VV_5}{V_1 V_6} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

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质量, 单位为克(g);

V_3 ——对 4.7.4.1 中待测液二(黄腐酸)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);

V_4 ——对 4.5.4.1 待测液(腐植酸)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);

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

V ——4.7.4.1(或 4.7.4.2)待测液定容体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_5 ——4.7.4.1 中黄腐植酸待测液的定容体积的数值, 单位为毫升(mL);

k_1 ——有机矿物源腐植酸的碳系数(风化煤 0.64, 褐煤 0.58, 泥炭 0.51, 黄腐酸 0.50);

m ——4.5.4.1(或 4.5.4.2)试料(或液体试料)的质量的数值, 单位为克(g);

V_1 ——4.7.4.1 中移取 4.5.4.1(或 4.5.4.2)待测液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_6 ——4.7.4.2 中移取待测液的体积的数值, 单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位, 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.7.5.2 黄腐酸含量的质量分数 FA^d (以干基计), 数值以%表示, 按式(6)计算:

$$FA^d = \frac{0.003(V_0 - V_3)c(\text{Fe}^{2+})}{k_2 m} \times \frac{VV_5}{V_1 V_6} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

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质量, 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 4.7.4.1 中待测液(黄腐酸)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);

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

V ——4.5.4.1(或 4.5.4.2)待测液定容体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_5 ——4.7.4.1 中黄腐酸待测液的定容体积的数值, 单位为毫升(mL);

k_2 ——有机矿物源黄腐酸的碳系数(0.50);

m ——4.5.4.1(或 4.5.4.2)试料(或液体试料)的质量的数值, 单位为克(g);

V_1 ——4.7.4.1 中移取 4.5.4.1(或 4.5.4.2)待测液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_6 ——4.7.4.2 中移取待测液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.7.6 允许误差

4.7.6.1 腐植酸测定结果允许误差

同表 3。

4.7.6.2 黄腐酸测定结果允许误差

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 4 规定要求。

表 4 黄腐酸测定结果允许误差

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

4.8 总氮含量的测定

按 GB/T 17767.1 进行。

4.9 速效氮的测定

见附录 A。

4.10 硝基腐植酸铵中速效氮的测定

见附录 B。

附 录 A
(规范性附录)
速效氮的测定

A. 1 方法提要

用氧化镁与试料复分解反应,将铵态氮以氨的形态置换出来,用过量硫酸标准滴定溶液吸收,以甲基红-亚甲基蓝混合指示液为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

A. 2 试剂和材料

- A. 2.1** 氧化镁:分析纯;
A. 2.2 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{ mol/L}$;
A. 2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$;
A. 2.4 甲基红-亚甲基蓝混合指示液;
A. 2.5 广范 pH 试纸;
A. 2.6 真空硅胶。

A. 3 仪器、设备

通常实验室仪器

A. 3.1 蒸馏仪器

用带标准磨口的成套仪器或能保证定量蒸馏和吸收的任何仪器。

蒸馏仪器的各部件用橡皮塞和橡皮管连接,或是采用球形磨砂玻璃接头,为保证系统密封,球形玻璃接头应用弹簧夹子夹紧。

本标准推荐使用的蒸馏仪器如图 A.1 所示。

A. 3.2 固定装置用的铁架台与弹簧夹。**A. 3.3 防爆沸石或防爆管(由一根 100 mm×5 mm 玻璃棒,连接在一根 25 mm 聚乙烯管上)。****A. 4 分析步骤**

做两份试料的平行测定。

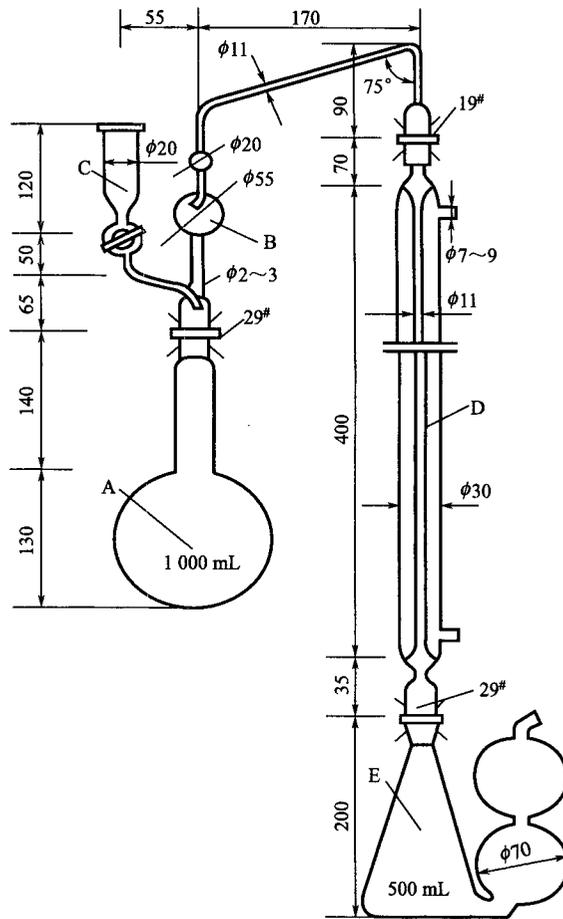
A. 4.1 称量试样

称取固体腐植酸铵约 1.0 g 试料(精确至 0.000 1 g)或称取液体腐植酸铵试料 2.0 g~5.0 g(精确至 0.000 1 g)于蒸馏烧瓶中。

A. 4.2 蒸馏

加入 3 g 氧化镁和 400 mL 水及几粒防爆沸石或防爆管(A. 3.3)于蒸馏烧瓶,用滴定管放 40 mL 硫酸标准滴定溶液(A. 2.2)于吸收瓶中,加水,使溶液能封住双连球与瓶连接口并加 4~5 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液(A. 2.4),用真空硅胶(A. 2.6)涂抹仪器接口,按蒸馏装置图安装仪器,并确保仪器所有部分密封。滴液漏斗中加水 20 mL,加热蒸馏,直至吸收瓶中的蒸馏液收集量达到 250 mL 时,把吸收瓶稍微移开,用广范 pH 试纸(A. 2.5)试验随后的蒸馏液为中性,以确保全部氨完全蒸出,停止加热,打开滴液漏斗,拆下防溅球管,用水冲洗冷凝管,并将洗涤液收集在吸收瓶中,拆下吸收瓶。

单位为毫米



- A——蒸馏烧瓶；
- B——单球防溅球管；
- C——滴液漏斗；
- D——直式冷凝器；
- E——吸收瓶。

图 A.1 蒸馏仪器图

A.4.3 滴定

将吸收瓶中溶液混匀,用氢氧化钠标准滴定溶液(A.2.3)回滴过量的硫酸标准滴定溶液,直至指示剂呈灰绿色为终点。

A.4.4 空白试验

除不加试料外,按照上述步骤进行空白试验。

A.5 分析结果的表述

速效氮的质量分数 N_1^d (以干基计),数值以%表示,按式(A.1)计算:

$$N_1^d = \frac{(V_1 - V_2)c(\text{OH}^-) \times 0.01401}{m} \times 100 \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

V_1 ——测定空白所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定试料所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c(\text{OH}^-)$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

0.014 01——氮的毫摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.10 %。

附 录 B

(规范性附录)

硝基腐植酸铵中速效氮的测定

B.1 方法提要

在碱性溶液中,硝基腐植酸铵中的硝态氮被定氮合金还原成氨,通过蒸馏用过量硫酸溶液吸收氨,以甲基红-亚甲基蓝混合指示液为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

B.2 试剂

- B.2.1 氢氧化钠:400 g/L;
- B.2.2 定氮合金(粉状);
- B.2.3 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{ mol/L}$;
- B.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$;
- B.2.5 甲基红-亚甲基蓝混合指示液;
- B.2.6 广范 pH 试纸;
- B.2.7 真空硅胶。

B.3 仪器

同附录 A 速效氮的测定仪器。

B.4 分析步骤

做两份试料的平行测定。

B.4.1 称量

称取约 0.5 g 固体硝基腐植酸铵分析试料(精确至 0.000 1 g);或称取液体硝基腐植酸铵试料约 2.0 g(精确至 0.000 1 g)于蒸馏烧瓶中。

B.4.2 蒸馏

加入粉状定氮合金 0.5 g,加入约 350 mL 水和几粒防爆沸石或防爆管于蒸馏烧瓶。用滴定管放 40.0 mL 硫酸标准滴定溶液(B.2.3)于吸收瓶中,加水,使溶液能封住双连球与瓶接口并加 4~5 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液(B.2.5)。

用真空硅胶(B.2.7)涂抹仪器接口,按图 A.1 蒸馏仪器图安装仪器,并确保仪器所有部分密封。

通过滴液漏斗往蒸馏瓶中注入 10 mL 氢氧化钠溶液(B.2.1),注意滴液漏斗中要留有 1 mL 溶液,用水稀释至 15 mL~20 mL。

加热蒸馏,直至吸收瓶中的蒸馏液收集量达到 250 mL 时,把吸收瓶稍微移开,用广范 pH 试纸(B.2.6)试验随后的蒸馏液为中性,以确保全部氨完全蒸出,停止加热,打开滴液漏斗,拆下防溅球管,用水冲洗冷凝管,并将洗涤液收集在吸收瓶中,拆下吸收瓶。

B.4.3 滴定

将吸收瓶中溶液混匀,用氢氧化钠标准滴定溶液(B.2.4)回滴过量的硫酸标准滴定溶液,直至指示剂呈灰绿色为终点。

B.4.4 空白试验

除不加试料外,按照上述步骤进行空白试验。

B.5 分析结果的表述

速效氮的质量分数 N_2^d (以干基计),数值以%表示,按式(B.1)计算:

$$N_2^d = \frac{(V_1 - V_2)c(\text{OH}^-) \times 0.01401}{m} \times 100 \dots \dots \dots (\text{B. 1})$$

式中:

V_1 ——测定空白所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定试料所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c(\text{OH}^-)$ ——测定及空白试验时,使用氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

0.01401——氮的毫摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

B.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.10 %。

中华人民共和国
化工行业标准
腐植酸铵肥料分析方法

HG/T 3276—2012

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张1 字数30千字

2013年4月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1497

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换

定价：14.00元

版权所有 违者必