

中华人民共和国国家标准

《肥料和土壤调理剂 黄腐酸含量及碳系数的测定方法》征求意见稿

编制说明

标准编制组

2023年3月28日

目 录

1	工作简况	1
2	国家标准编制原则、主要内容及其确定依据	7
3	试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益.....	9
4	与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况.....	20
5	以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因；	20
6	与有关法律、行政法规及相关标准的关系	21
7	重大分歧意见的处理经过和依据.....	21
8	涉及专利的有关说明	21
9	实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议.....	22
10	其他应当说明的事项	22

《肥料和土壤调理剂 黄腐酸含量及碳系数的测定方法》征求意见稿编制说明

1 工作简况

1.1 任务来源

2022年4月22日国家标准化管理委员会《国家标准化管理委员会关于下达2022年第一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发〔2022〕17号）文件下达了《肥料和土壤调理剂 黄腐酸含量及碳系数的测定方法》国家标准的修订任务（修订GB/T 34765-2017 矿物源黄腐酸含量的测定），项目编号：20220206-T-606。由中国石油和化学工业联合会提出，全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会（SAC/TC 105）归口，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）执行。

1.2 制定标准项目背景、意义

为积极落实贯彻《国家标准化发展纲要》、“双碳战略”、《“十四五”工业绿色发展规划》、《“十四五”原材料工业发展规划》等国家战略、产业政策，结合本领域发展现状，加强标准在推动促进行业发展的规范、引领作用，提出修订GB/T 34765-2017标准，以适应市场发展需求，“建立健全碳达峰碳中和标准”体系。

黄腐酸因原料产地、海拔高度、形成地质年代不同、种类不同导

致碳系数不同，目前企业多沿用前苏联经验碳系数 0.5（自测 0.3-0.58，方法不统一），不能代表我国各地区黄腐酸物质的特征，继而不能有效科学评价产品质量，涉及黄腐酸肥料和土壤调理剂产业 20 多个产品，500 多万吨的市场。很多企业权益因此受到侵害，也产生了很多贸易摩擦。

现行标准测定黄腐酸和黄腐酸碳系数差异较大，给生产和消费以及市场监督带来了诸多困扰。如 NY/T 3162 -2017《肥料中黄腐酸的测定 容量滴定法》规定“不同来源黄腐酸碳系数：风化煤 0.55，褐煤 0.51，泥炭 0.46，其他 0.51”；HG/T 3276-2019《腐植酸铵肥料分析方法》规定“矿物源黄腐酸碳系数 0.50”；HG/T 5334-2018《黄腐酸钾》规定“矿物源黄腐酸碳系数 0.50；生物质黄腐酸碳系数 0.45”。有企业采用不同测定方法，应用不同的碳系数 0.3~0.58 不等，比较混乱。全国企业标准信息公共服务平台查询数据：Q/HXX008-2017 江西萍乡 XX 公司《黄腐酸螯合铁》企标规定“黄腐酸碳系数 0.41”；Q/BXX004-2016 内蒙包头 XXX 公司《腐植酸铵》企标规定“有机质源黄腐酸碳系数 0.05”。上述情况阻碍了产业的规模化、规范性发展，所以亟需制定《肥料和土壤调理剂 黄腐酸含量及碳系数测定方法》国家标准。

同时，在当前积极落实我国生态文明建设、低碳生产、品质农业、乡村振兴的重大战略背景下，以及《土壤污染防治法》、生态环保、农业供给侧改革、化肥产业转型升级等系列政策出台后，叠加“碳达峰碳中和”目标约束，传统化肥发展动力不断减弱，促使以生产低碳

节能、应用固碳储碳的黄腐酸等有机类肥料正在培育发力，逐渐在低碳生产、减量增效、生态环保等方面作用日益突出。制定《肥料和土壤调理剂 黄腐酸含量及碳系数的测定方法》国家标准，以适应市场需求，有效推动肥料减量增效、耕地质量提升、化肥产业转型升级等一系列行动的发展，也能够精准地对黄腐酸及黄腐酸肥料的碳核算、碳足迹、碳减排、碳评价等“碳达峰碳中和”标准体系的建立做有效支撑，进一步挖掘工业低碳生产和农业碳汇的潜力和价值。

1.3 主要工作过程

从2022年4月国家标准委下达标准任务计划开始，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秘书处即组织成立了《肥料和土壤调理剂 黄腐酸含量及碳系数的测定方法》标准起草组。起草组由山东泉林集团有限公司、辽宁普天科技有限公司、沈阳农业大学、山东创新腐植酸科技股份有限公司、四川众康检测技术服务有限公司、山东品标检测认证有限公司、辽宁省标准化研究院等单位的专家组成。

2022年4月~6月，标准起草小组最新文献资料的补充(见表1)，各地调研、样品搜集(见表2)，经研讨，确定技术路线和工作时间表。

2022年6月~11月，标准起草组进行试验，并召开2次线上会议，研讨论证，进一步完善试验。

2022年12月~2023年1月，选择5家实验室进行方法的试验验证。

2023年2月~3月, 汇总试验验证材料, 起草组会议研讨, 最后形成标准征求意见稿, 上报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, 面向社会公开征求意见。

表1 相关标准和参考文献

序号	标准、参考文献
1	GB/T 6679 固体化工产品采样通则
2	GB/T 6680 液体化工产品采样通则
3	GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
4	GB/T 38072—2019 黄腐酸原料及肥料 术语
5	GB/T 11957-2001 煤中腐植酸产率测定方法
6	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
7	HG/T 3276-2019 腐植酸铵肥料分析方法
8	HG/T 3278-2018 腐植酸钠
9	HG/T 5334-2018 黄腐酸钾
10	HG/T 5603-2019 餐厨废弃物生产肥料中生物腐植酸含量的测定方法
11	HG/T 5934-2021 黄腐酸中量元素肥料
12	HG/T 5935-2021 黄腐酸微量元素肥料
13	HG/T 5938—2021 腐植酸肥料中氯离子含量的测定 自动电位滴定法
14	NY/T 3162 -2017 肥料中黄腐酸的测定 容量滴定法
15	ISO 5073:2013 Brown coals and lignites — Determination of humic acids
16	ISO 19822:2018 Fertilizers and soil conditioners — Determination of humic and hydrophobic fulvic acids concentrations in fertilizer materials
17	腐植酸、黄腐酸碳系数和检测方法存在的问题及改进意见, 邹德乙等, 《腐植酸》, 2013年4期
18	树脂法测定黄腐酸含量的实验探讨, 张彩凤、王慧等, 《腐植酸》, 2019年1期
19	黄腐酸定量分析方法研究. 刘波、张辉等, 《腐植酸》, 2000年1期
20	重量法测定黄腐植酸含量, 焦立为, 《理化检验》, 2004年5期
21	硫酸铝对黄腐酸絮凝作用的研究, 赵励军、张辉, 《化学工程师》, 2004年11期, 63-64
22	关于腐植酸中黄腐酸分析方法的改进研究, 梁静、杨庆运等, 《农业技术与装备》, 2020年4期。
23	硫酸铝絮凝黄腐酸条件的研究, 吴宝华, 《化学工程》, 2004年7期, 54-55
24	提高黄腐植酸产率方法研究, 张宝忠、臧业, 《化学工程师》, 1998年5期
25	生化黄腐酸与其他来源黄腐酸组成性质的初步比较, 成绍鑫, 《腐植酸》, 2009年2期
26	黄腐酸及生化黄腐酸的界定和检测探讨, 张常书等, 2006第六届全国绿色环保肥料新技术、新产品交流会
27	煤炭黄腐酸和生化黄腐酸界定研究, 张常书、彭红梅等, 《腐植酸》, 2008年2期
28	统一腐植酸与黄腐酸概念的再探讨, 邹德乙, 《化肥工业》, 2014年5期
29	容量滴定法测定黄腐酸含量, 杨献红、乔桂芳等, 《河南化工》, 2006年8期
30	生化黄腐酸的结构表征及含量分析方法的研究, 丁为民, 哈尔滨理工大学硕士论文, 2003年
31	硫酸铝絮凝排除生化黄腐酸中有机杂质效果的研究, 吴宝华等, 《黑龙江省教育学报》, 2002年(6)
32	生化黄腐酸定量分析方法研究, 丁为民、秦梅等, 《化学工程师》, 2003年6期
33	a. J. Tinsley and A. Salam, Soils Fert. 1961; 21:81

34	F. J. Stevenson, Humus Chemistry, John Wiley & Sons. Inc. New York, 1982; 337
35	H. -R. Schulten, M. Schnitzer. A state of the art structural concept for humic substances[J]. Naturwissenschaften. 1993, 80(1). 29-30
36	Warman, P. R., Munroe, M. D. Analysis of total inositol phosphates in municipal solid waste compost-treated soils by two extraction methods[J]. Biology & Fertility of Soils. 2000, 32(2). 89-93
37	Igor Schepetkin, Andrei Khlebnikov, Byoung Se Kwon. Medical drugs from humus matter: Focus on mumie[J]. Drug Development Research. 2002, 57(3). 140-159
38	David L. VanderHart, H. L. Retcofsky. Estimation of coal aromaticities by proton-decoupled carbon-13 magnetic resonance spectra of whole coals[J]. Fuel. 1976, 55(3). 202-204
39	Schnitzer M. Reactions between Fulvic Acid, a Soil Humic Compound and Inorganic Soil Constituents1[J]. Soil Science Society of America Journal. 1969. 75
40	Catherine Jucker, Mark M. Clark. Adsorption of aquatic humic substances on hydrophobic ultrafiltration membranes[J]. Journal of Membrane Science. 1994, 97(1). 37-52
41	H. -R. Schulten. The three-dimensional structure of humic substances and soil organic matter studied by computational analytical chemistry[J]. Fresenius' journal of analytical chemistry. 1995, 351(1). 62-73
42	M. J. Blesa, M. T. Izquierdo, J. L. Miranda. Curing time effect on mechanical strength of smokeless fuel briquettes[J]. Fuel Processing Technology. 2003, 80(2)
43	L Grasset, A Amblès. Structure of humin and humic acid from an acid soil as revealed by phase transfer catalyzed hydrolysis[J]. Organic Geochemistry. 1998, 29(4). 881-891

表 2 黄腐酸样品信息

样品编号	样品名称	原料来源	生产单位	产品形态
FA001	黄腐酸钾	风化煤	金正大生态工程集团股份有限公司	粉末
FA002	黄腐酸钾	风化煤	山东创新腐植酸科技股份有限公司	粉末
FA003	黄腐酸锌	风化煤	山东创新腐植酸科技股份有限公司	粉末
FA004	碱性黄腐酸钾液体	风化煤	山东创新腐植酸科技股份有限公司	液体
FA005	酸性黄腐酸钾液体	风化煤	山东创新腐植酸科技股份有限公司	液体
FA006	黄腐酸钾	风化煤	河南心连心化学工业集团股份有限公司	粉末
FA007	黄腐酸复合肥	风化煤	河南心连心化学工业集团股份有限公司	颗粒
FA008	黄腐酸钾	风化煤	安徽司尔特肥业股份有限公司	粉末
FA009	黄腐酸复合肥	风化煤	安徽司尔特肥业股份有限公司	颗粒
FA010	黄腐酸钾	褐煤	山西广宇通科技股份有限公司	粉末
FA011	黄腐酸钾	褐煤	吕梁市盛大生物发展有限公司	粉末
FA012	黄腐酸钾	褐煤	辽宁普天科技有限公司	粉末
FA013	黄腐酸有机肥料	风化煤	辽宁普天科技有限公司	粉末
FA014	含黄腐酸复合肥料	褐煤	辽宁普天科技有限公司	颗粒
FA015	黄腐酸中量元素肥料	褐煤	辽宁普天科技有限公司	液体
FA016	黄腐酸微量元素肥料	褐煤	辽宁普天科技有限公司	液体

样品 编号	样品名称	原料 来源	生产单位	产品 形态
FA017	黄腐酸惨混肥	褐煤	辽宁普天科技有限公司	颗粒
FA018	黄腐酸铁	褐煤	河南黑色生态科技有限公司	粉末
FA019	黄腐酸锌	风化煤	河南黑色生态科技有限公司	粉末
FA020	矿源黄腐酸钾	褐煤	山东聊城科创农业科技有限公司	粉末
FA021	含黄腐酸有机肥	油母页岩	抚顺矿业集团工程技术研究中心	液体
FA022	黄腐酸钾II型	风化煤	新疆双龙腐植酸有限公司	粉末
FA023	黄腐酸钾III型	风化煤	新疆双龙腐植酸有限公司	粉末
FA024	黄腐酸钾	褐煤	济南威振化工有限公司	粉末
FA025	黄腐酸钾	褐煤	河北农可丰化肥有限责任公司	粉末
FA026	黄腐酸钾	风化煤	内蒙古武川县创绿腐植酸有限责任公司	粉末
FA027	黄腐植酸钾	褐煤	济阳曲提镇门市部	粉末
FA028	黄腐酸钙镁	褐煤	福建前海科苑农业科技有限公司	粉末
FA029	黄腐酸钙	褐煤	陕西裕丰实业有限公司	液体
FA030	黄腐酸钙	矿物源	湖北源丰化工有限公司	液体
FA031	含黄腐酸钙肥	矿物源	武威华晟生物科技有限公司	液体
FA032	黄腐酸钾	风化煤	内蒙古北萨农业科技有限公司	粉状
FA033	矿源黄腐酸液体缓释复合肥	矿物源	河南国人福生物科技有限公司	液体
FA034	黄腐酸钾钙	矿物源	青岛科微特肥料有限公司	粉末
FA035	矿源黄腐酸钾	矿物源	宁夏星源生物科技有限公司	粉末
FA036	含碳能矿源黄腐酸钾浓缩液	矿物源	广西海法优佳肥业有限公司	液体
FA037	黄腐酸钾	风化煤	萍乡市红土地腐殖酸有限公司	粉末
FA038	大量元素水溶肥	矿物源	武汉皓达农业科技有限公司	粉末
FA039	新一代螯合黄腐酸颗粒水溶肥	矿物源	北京阳光国农化工有限公司	颗粒
FA040	黄腐酸有机碳水溶肥	矿物源	山东万瑞谷德农业科技有限公司	粉末
FA041	黄腐酸中微量元素功能型水溶肥	矿物源	山东万瑞谷德农业科技有限公司	粉末
FA042	黄腐酸钾型复合肥	矿物源	深圳农富天下生态工程有限公司	颗粒
FA043	风化煤粉原料	风化煤	内蒙古霍林河	粉末
FA044	风化煤粉原料	风化煤	新疆哈密	粉末
FA045	风化煤粉原料	风化煤	山西省灵石	粉末
FA046	褐煤粉原料	褐煤	黑龙江省双鸭山	粉末
FA047	褐煤粉原料	褐煤	云南省昭通市	粉末
FA048	泥炭	泥炭	吉林省敦化市	粉末
FA049	泥炭	泥炭	辽宁清原县	粉末

注：原料来中“矿物源”为未知来源。

2 国家标准编制原则、主要内容及其确定依据

2.1 编制原则

根据 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定进行本标准的编制工作。以综合标准化思想为指导，依据近现代科学研究成果为依据，以适应我国黄腐酸产品质量检测为基准，遵循以下5项原则：

①科学性：本标准方法基于国内外基础理论和试验，起草组单位的科研成果及多家实验室的试验验证。

②先进性：标准指标的设计以本行业的最新科技成果为依据。

③实用性：标准内容的制定有利于本行业生产的发展和应用。

④普适性：标准制定符合我国国情，方法满足肥料和土壤调理剂产品中黄腐酸含量及碳系数的测定要求，准确可靠，普遍适用，易于推广。

⑤可操作性：标准评价指标的设定力求简单、易测，有利于标准的贯彻和应用。

2.2 主要内容及其确定依据

2.2.1 黄腐酸含量（FA）测定

长期以来，黄腐酸含量测定多应用容量法，但实践表明，应黄腐酸来源类型较多，形成条件复杂，不同地区、不同形成条件、不同区位的黄腐酸碳系数均不同，故长期使用0.5、0.51、0.55等系数，给试验结果带来了较大的不确定性。故本次标准修订改为重量法测黄腐酸，并给出了碳系数的测定方法，利于资源开发、企业生产。

本次修订增加的硫酸铝沉淀重量法测定黄腐酸含量，是依据美国 Stevenson 1982 年研究的 (F. J. Stevenson, Humus Chemistry, John Wiley & Sons. Inc. New York, 1982; 337) “黄腐酸 (Fulvic Acid) 可被高价金属离子絮凝” 技术结论。现实中，可以用来沉淀黄腐酸的金属离子有 Pb^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Al^{3+} 、 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 等，其中 Pb^{2+} 、 Ba^{2+} 等可与 CrO_4^{2-} 生成沉淀而干扰分析， Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 等可被糖类物质还原，也可能被蛋白质而干扰分析。所以本标准采用硫酸铝作黄腐酸沉淀剂，经验证并验证了有效方法，同时国内相关研究也同样证明了有效的方法 (参考文献 21、23、30、31、32)。

本部分为修订标准的新增加内容，经标准起草组大量试验，对取样量、水浴加水量、提取时间、滤液体积、硫酸铝用量等条件进行了筛选和验证。

2.2.2 黄腐酸碳含量 (FA-C) 测定

用水提取样品中的腐植酸盐和黄腐酸。在 $pH=1.0$ 条件下分离腐植酸，用重铬酸钾氧化黄腐酸，过量的重铬酸钾用硫酸亚铁铵标准溶液滴定，根据硫酸亚铁铵的消耗量，计算黄腐酸碳含量。此为容量法测定黄腐酸碳含量，快速，经济，为企业生产、市场监管的常规方法。原 GB/T 34765-2017《矿物源黄腐酸含量的测定》即采用此方法。HG/T 3276-2019《腐植酸铵肥料分析方法》、HG/T 5334-2018《黄腐酸钾》、NY/T 3162-2017《肥料中黄腐酸的测定 容量滴定法》、HG/T 5934-2021《黄腐酸中量元素肥料》、HG/T 5935-2021《黄腐酸微量元素肥料》均采用同样的方法原理结合黄腐酸经验系数测定黄腐酸含量。

2.2.3 黄腐酸碳系数的测定

(1) 黄腐酸碳系数应用现状

黄腐酸因原料产地、海拔高度、形成地质年代不同、种类不同导致碳系数不同。长期应用经验系数，测定方法不统一等等，导致不能科学评价产品质量，涉及肥料产业 20 多个产品，500 多万吨的市场。因经验系数不能代表我国各地区黄腐酸物质的真实特征，又没有统一的规范的方法标准测定碳系数，很大程度上阻碍了产业的规模化、规范性发展。

①行业内现行标准应用经验系数情况。NY/T 3162-2017 规定“不同来源黄腐酸碳系数：风化煤 0.55，褐煤 0.51，泥炭 0.46，其他 0.51”；HG/T 3276-2019 规定“矿物源黄腐酸碳系数 0.50”；HG/T 5334-2018 规定“矿物源黄腐酸碳系数 0.50；生物质黄腐酸碳系数 0.45”。

②有企业采用不同测定方法，应用不同的碳系数 0.3~0.58 不等，比较混乱。全国企业标准信息公共服务平台查询数据：Q/HXX008-2017 江西萍乡 XX 公司《黄腐酸螯合铁》企标规定“黄腐酸碳系数 0.41”；Q/BXX004-2016 内蒙包头 XXX 公司《腐植酸铵》企标规定“有机质源黄腐酸碳系数 0.05”。

(2) 黄腐酸碳系数测定

利用硫酸铝沉淀重量法测黄腐酸 (FA) 含量，容量法测黄腐酸碳 (FA-C) 含量，二者比值即为黄腐酸碳系数 (K)。

3 试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益

3.1 不同取样量对黄腐酸含量的影响

GB/T 34765-2017 规定，固体试样称取 0.2g~0.5g，液体试样 5.0g。经长期实践发现，这适用于含量较高的产品。对于含量低于

5%以下的产品，误差较大。故本次修订重新核查了取样量对黄腐酸含量结果的影响。

选取不同黄腐酸含量的样品包括风化煤、褐煤、泥炭原料进行试验，3次重复，标识0.3%~55%不等。基于现行标准和实际经验，将黄腐酸含量大于5%的样品进行0.2、0.5g、1.0g试验，低于5%的进行5.0g、10.0g、15.0g六种处理进行试验。试验结果见表3。

液体样品相对浓度较低，标识含量为1.5%-15%，故称样量设置为5.0g、10.0g、20.0g、50.0g、80g五种处理，3次重复，测试结果见表4。

表 3 固体产品不同取样量对黄腐酸含量影响

样品编号	含量大于 5%			含量小于 5%		
	0.2g	0.5g	1.0g	5.0g	10.0g	15.0g
FA001	49.12	50.24	50.26	/	/	/
FA002	53.28	53.55	53.55	/	/	/
FA006	42.25	49.17	49.11	/	/	/
FA007	/	/	/	0.12	0.39	0.40
FA008	54.16	57.11	53.47	/	/	/
FA009	/	/	/	0.10	0.22	0.23
FA014	5.21	5.52	5.51	/	/	/
FA043	20.77	23.58	23.79	/	/	/
FA046	28.96	30.32	30.15	/	/	/
FA048	13.98	15.35	15.51	/	/	/
FA049	10.11	10.35	10.48	/	/	/

表 4 液体产品不同取样量对黄腐酸含量影响

样品编号	5.0g	10.0g	20.0g	50.0g	80.0g
FA004	7.88	9.87	9.68	10.08	9.25
FA015	28.75	30.22	30.03	29.28	30.42
FA021	24.03	25.36	25.58	25.06	24.88
FA036	30.32	32.28	30.75	30.83	30.46

试验结果表明，固体的高含量的黄腐酸（大于 5%）在取样量 0.5g 区间表现的比较稳定，0.2g 结果偏低，取样量 1.0g 区间，称样量过大，在后续的提取、酸沉降、过滤等步骤操作起来增加了繁琐过程，分析精度并没有因样品量大而明显提高，因此，为了简化实验过程，缩短检测时间，最终重点将实验样品称样量放在了 0.5g；

固体的低含量的黄腐酸（小于 5%）在取样量 10g 区间表现的比较稳定，5.0g 结果偏低，取样量 15.0g 区间，称样量过大，在后续的提取、过滤等步骤操作起来增加了繁琐过程，分析精度并没有因样品量大而明显提高，因此，为了简化实验过程，缩短检测时间，最终重点将实验样品称样量放在了 10g。

考察过程中发现，液体样品相对浓度较低，标识含量为 1.5%–15%，故称样量设置为 5.0g、10.0g、20.0g、50.0g、80.0g 五种处理，在取样量 10g 区间表现的比较稳定，5.0g 结果偏低，取样量 20.0g ~ 80.0g 区间，称样量过大，在后续的提取、酸沉降、过滤等步骤操作起来增加了繁琐过程，分析精度并没有因样品量大而明显提高，因此，为了简化实验过程，缩短检测时间，最终重点将实验样品称样量放在了 10.0g。

3.2 水浴加水量对黄腐酸含量的影响

HG/T 5334和HG/T 3276中称样量为0.2g，水浴加水量为100 mL，根据换算关系和后续试验过程综合考量，选取了100 mL、150 mL、250 mL（20mL、30mL、50mL）三个区间进行了试验，试验结果见表5。

表 5 不同水浴加水量对黄腐酸含量影响

样品编号	含量高（大于 5%）			含量低（小于 5%）		
	100mL	150 mL	250 mL	20 mL	30 mL	50 mL
FA001	51.48	50.58	48.25	/	/	/

FA002	47.41	52.25	50.06	/	/	/
FA006	48.05	49.19	49.28	/	/	/
FA007	/	/	/	0.16	0.35	0.40
FA008	50.86	55.62	52.48	/	/	/
FA009	/	/	/	0.18	0.34	0.26
FA014	5.15	5.51	5.42	/	/	/
FA043	22.06	23.58	23.28	/	/	/
FA046	28.48	30.32	29.57	/	/	/
FA048	14.95	15.35	15.56	/	/	/
FA049	9.89	10.06	10.21	/	/	/

试验结果表明，固体的高含量的黄腐酸（大于 5%）发现 150mL 的试验表现较好，100mL 没有完全抽提，导致数据偏低；250mL 水量过大导致后期清洗滤液的过量，使絮凝效果不好，造成数据结果不稳定，且与真值偏差较大。故选取 150mL 为合适的水浴加水量。

固体的低含量的黄腐酸（小于 5%），称样量为 10g，称样量太大，加水 20mL 不能使试样充分溶解抽提，加水 50mL 虽然可以使试样完全抽提，但为保证滤液体积在 150mL 以内使的后续冲洗用水量相对减少，可能冲洗不彻底从而导致结果偏小。加水 30mL 能使试样溶解还不影响抽提效果，后续冲洗加水时黄腐酸溶液浓度不至于稀释太多影响后续絮凝效果。故选取 30mL 为合适的水浴加水量。

3.3 不同水浴提取时间对黄腐酸含量的影响

围绕此次试验的样品量不同，参照相关的标准情况，HG/T 5334 和HG/T 3276中称样量为0.2g，抽提2h，故选取0.5h、1.5h、2h、3h 提取时间进行了试验。试验结果见表6。

表 6 不同水浴提取时间对黄腐酸含量的影响

样品编号	0.5h	1.5h	2h	3h
FA001	49.70/49.10	48.97/52.2	49.62/49.48	49.26/49.44
FA002	49.63/49.28	49.98/50.27	51.07/51.52	51.88/51.33

FA004 (液)	9.66/10.37	9.36/10.22	9.95/10.08	9.86/9.96
FA006	49.19/43.18	50.37/54.32	49.35/50.02	49.55/49.85
FA007	0.33/0.56	0.35/0.19	0.38/0.38	0.35/0.38
FA009	0.34/0.58	0.30/0.60	0.24/0.27	0.30/0.28
FA016 (液)	28.00/23.44	27.95/28.15	28.46/28.22	28.44/28.16
FA043	23.75/25.01	24.07/23.58	23.86/23.74	23.55/23.63
FA046	30.83/28.09	31.15/29.28	30.06/30.28	30.28/30.32
FA048	15.08/15.00	15.12/14.24	15.28/15.04	14.96/15.47

考察过程中发现，不管是含量高还是含量低的样品，0.5h 和 1.5h，部分样品有可能在检测过程中抽提不完全，导致部分检测结果不稳定。选取在抽提时间为 2 h 和 3 h，数据较稳定，故选取 2h 为合适水浴提取时间，既能保证试验准确性，又能尽可能减少试验时间和试验能源的消耗。

3.4 洗涤滤液量对黄腐酸含量的影响

设定这个指标的目的，即能保证黄腐酸充分洗涤到滤液中，又不因滤液体积过大，稀释了黄腐酸浓度，影响后续的絮凝结果，从而导致数据不准确。故高含量的选取了 200mL、300mL、350mL 三个区间进行了试验，低含量的选取了 100mL、150mL、200mL 三个区间进行了试验，试验结果见表 7。

表 7 不同水浴提取时间对黄腐酸含量的影响

样品编号	含量高 (大于 5%)			含量低 (小于 5%)		
	200 mL	300 mL	350 mL	100mL	150 mL	200mL
FA001	46.52/48.35	50.02/50.24	48.41/49.12	/	/	/
FA002	46.73/49.21	53.00/52.86	49.28/50.52	/	/	/
FA006	47.77/46.12	49.12/49.25	50.32/49.48	/	/	/
FA007	/	/	/	0.32/0.15	0.36/0.32	0.28/0.25
FA008	52.04/50.55	56.68/54.85	51.98/53.26	/	/	/
FA009	/	/	/	0.16/0.28	0.32/0.28	0.26/0.28
FA014	4.93/4.72	5.45/5.57	5.48/5.52	/	/	/

FA043	22.43/23.51	23.58/23.22	22.54/23.06	/	/	/
FA046	28.77/29.56	29.85/29.55	30.32/29.47	/	/	/
FA048	14.52/13.87	15.20/15.05	13.86/14.28	/	/	/
FA049	9.43/9.11	9.88/9.96	8.76/9.02	/	/	/

由试验结果得知，高含量黄腐酸样品，在选取了 300mL 时，低含量的黄腐酸样品 150mL 时，既保证了冲洗彻底，又不影响絮凝效果，数据稳定。高含量的 200mL 时因冲洗不彻底导致黄腐酸没有完全溶解到滤液中，使的结果偏低，350mL 稀释了黄腐酸浓度影响了絮凝效果，数据不稳定。低含量的因数数值偏小，100mL 时冲洗不彻底导致黄腐酸没有完全溶解到滤液中可能造成结果偏低，150mL、200mL 时数据相对稳定，故选取了 150mL。

3.5 沉淀剂硫酸铝溶液量对黄腐酸含量的影响

絮凝剂用量对絮凝效果有直接的影响，是分析好黄腐酸检测的关键，经查阅相关文献，并结合选取样本的情况，选取了浓度 1mol/L 的硫酸铝溶液，加入量 10、15、25mL，进行试验三个区间进行了试验，试验结果见表 8。

表 8 沉淀剂硫酸铝溶液量对黄腐酸含量的影响

样品编号	10mL	15 mL	25 mL
FA001	46.76	50.36	49.28
FA004 (液)	9.76	9.88	9.20
FA006	46.66	50.02	49.10
FA007	0.15	0.28	0.30
FA009	0.14	0.22	0.23
FA016 (液)	26.22	28.32	25.37
FA043	21.08	23.22	22.86
FA046	28.82	30.15	27.55
FA048	13.66	15.08	14.28

由试验结果得知，硫酸铝用量过多或不足均对絮凝不利，这是因

为硫酸铝不足时，不能满足絮凝要求，溶液中尚有未被络合剂的黄腐酸，这是容易理解的，但是铝离子过量时，絮凝也不好，这可能是由于高浓度的硫酸铝在水中能够生产一系列的水解产物，形成氢氧化聚合物，从而阻碍黄腐酸和铝离子的结合。因此对絮凝不利，从而影响检测结果的准确性，故根据实验结果选择了加入量为 15mL 最为合适。

3.6 黄腐酸碳系数的测定

按照本标准的方法，从搜集的样品中选取标识为黄腐酸钾及风化煤粉、褐煤粉和泥炭等矿物源原料，进行黄腐酸碳系数的测定，分析结果见表9。

表9 黄腐酸碳系数的测试数据

样品编号	样品名称	原料来源	产品形态	黄腐酸碳 FA-C 含量 (%)	黄腐酸 FA 含量 (%)	黄腐酸碳系数 (k)
FA001	黄腐酸钾	风化煤	粉末	23.613	50.24	0.47
FA002	黄腐酸钾	风化煤	粉末	24.098	53.55	0.45
FA004	碱性黄腐酸钾液体	风化煤	液体	4.595	10.21	0.45
FA005	酸性黄腐酸钾液体	风化煤	液体	4.208	9.35	0.45
FA006	黄腐酸钾	风化煤	粉末	25.077	49.17	0.51
FA008	黄腐酸钾	风化煤	粉末	26.842	57.11	0.47
FA010	黄腐酸钾	褐煤	粉末	26.075	52.15	0.5
FA011	黄腐酸钾	褐煤	粉末	27.528	56.18	0.49
FA012	黄腐酸钾	褐煤	粉末	26.094	55.52	0.47
FA022	黄腐酸钾 II 型	风化煤	粉末	23.976	49.95	0.48
FA026	黄腐酸钾	风化煤	粉末	23.069	50.15	0.46
FA035	矿源黄腐酸钾	矿物源	粉末	23.526	52.28	0.45
FA037	黄腐酸钾	风化煤	粉末	21.362	48.55	0.44
FA043	风化煤粉原料	风化煤	粉末	10.611	23.58	0.45
FA044	风化煤粉原料	风化煤	粉末	7.149	15.21	0.47
FA045	风化煤粉原料	风化煤	粉末	12.018	25.57	0.47
FA046	褐煤粉原料	褐煤	粉末	13.114	27.32	0.48
FA047	褐煤粉原料	褐煤	粉末	9.167	20.37	0.45
FA048	泥炭	泥炭	粉末	6.294	15.35	0.41
FA049	泥炭	泥炭	粉末	4.037	10.35	0.39

注：原料来中“矿物源”为未知来源。

从表 9 数据可以看出,相同原料不同地区的黄腐酸碳系数还是有些差距的。同时泥炭黄腐酸碳系数普遍低于褐煤、风化煤。其中风化煤涉及山西、内蒙、新疆、江西等地区共 14 个产品,黄腐酸平均碳系数 0.464;褐煤涉及山西、云南、黑龙江、辽宁地区共 5 个产品,黄腐酸平均碳系数为 0.478;泥炭涉及吉林地区 2 个产品,黄腐酸平均碳系数为 0.4。

3.7 试验方法评价

按照 GB/T 6379.2-2004/ISO 5725-2: 1994《测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》的规定,对本标准方法的准确度、重现性和再现性进行评价。

3.6.1 准确度

采用标准加入法确定方法准确度。向肥料中添加已知量的黄腐酸(因无黄腐酸标准物质,以 50%含量黄腐酸钾为标准物折纯计算),计算方法回收率,以回收率测定结果表示方法准确度。具体操作为:称取肥料样品,分别设低(1g)、中(5g)、高(10g)3 个添加水平,每个水平 6 个重复。按照本标准方法测定,分别计算低、中、高 3 个水平的加标回收率,实验数据见表 10。重量法在不同添加水平的平均添加回收率在 100.3%~101.6%之间,RSD 值在 1.13%~4.83%;容量法在不同添加水平的平均添加回收率在 96.2%~103.9%之间,RSD 值在 2.04%~4.81%,均符合分析要求。从试验结果可以看出,制定的黄腐酸测定方法准确度可以满足试验分析的规定要求。

表 10 加标回收率试验测定结果

平行样 编号	黄腐酸添加量（折纯）					
	1 g		5 g		10 g	
	重量法	容量法	重量法	容量法	重量法	容量法
1#	1.02	0.94	4.98	5.11	9.95	10.01
2#	1.01	0.98	5.21	5.25	9.97	10.28
3#	0.98	0.97	5.10	5.20	10.22	10.83
4#	0.92	0.89	4.98	5.02	9.96	10.35
5#	1.03	0.96	5.15	5.16	10.15	10.31
6#	1.06	1.03	5.06	4.98	10.02	10.56
平均值 (g)	1.00	0.96	5.08	5.12	10.04	10.39
回收率 %	100.3	96.2	101.6	102.4	100.5	103.9
RSD %	4.83	4.81	1.82	2.04	1.13	2.68

3.6.2 重复性

在同一实验室由同一操作者使用相同的方法和设备，在短时间内对相同样品中的黄腐酸含量进行了 6 次重复测定，通过对不同类型、不同样品的测试数据（见表 11），对同一实验室内误差进行综合分析。

表 11 重复性试验数据

样品 编号	原料 来源	6 次重复测定结果 (%)						平均 值%	RSD%
		1	2	3	4	5	6		
FA001	风化煤	53.25	53.98	52.25	54.29	52.72	53.16	53.28	1.43
FA002	风华煤	55.50	57.15	56.57	56.81	58.82	57.30	57.03	1.90
FA012	褐煤	42.10	43.55	40.85	42.27	42.73	41.85	42.23	2.13
*FA015	褐煤	23.50	25.35	24.37	25.05	24.58	25.85	24.78	3.32
FA025	褐煤	20.31	22.15	20.92	20.85	22.38	20.50	21.19	4.10
FA080	矿物源	9.82	10.55	9.95	9.90	10.17	9.61	10.00	3.25
FA018	风化煤	6.55	6.85	6.71	7.26	6.68	6.61	6.78	3.80
* FA004	风化煤	10.22	9.52	9.65	10.32	9.58	10.27	9.93	3.82
FA048	泥炭	16.25	15.18	15.65	15.90	17.12	16.55	16.11	4.26
FA049	泥炭	5.97	5.85	5.60	6.11	5.95	6.43	5.99	4.62

* FA036	矿物源	8.87	8.35	8.21	8.95	9.02	8.11	8.59	4.73
FA042	矿物源	0.85	0.61	0.69	0.87	0.71	0.90	0.77	15.21

* 液体样品，为方便核算，单位由(g/L)换算为%。

由表 11 可知，在同一实验室操作条件下，短时间内对 12 种样品进行连续测定 6 次，含量高（大于等于 10%）时，其 RSD 值在 1.43%~3.82%之间；含量大于等于 5%，RSD 值在 3.25%~4.73%；小于 1%，RSD 为 15.21%。数据分析表明，黄腐酸含量高于 5%的样品，RSD 值均在 5%以内，说明此方法的分析结果是可靠的，但含量低于 1%的，RSD 值为 15.21%，说明此方法在黄腐酸含量较低（小于 1%）时测定误差相对较大。

3.6.3 再现性

标准起草组选取聊城市产品质量监督检验所、山东品标检测认证有限公司、沈阳农业大学、广东全庆检测有限公司、沈阳市腐植酸产业技术研究院 5 家实验室按照 GB/T 6379.2-2004/ISO 5725-2: 1994 《测量方法与结果的准确度（准确度与精密度）第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》的要求进行方法再现性的比对试验，试验数据见表 12。

表 12 再现性试验数据

样品编号	5 家实验室测定结果 (%)					平均值 (%)	RSD %
	实验室 A	实验室 B	实验室 C	实验室 D	实验室 E		
FA001	52.25 (1.68)	53.18 (0.87)	53.82 (5.32)	54.29 (3.12)	52.72 (0.98)	53.25	1.54
FA002	55.61 (0.87)	57.15 (1.18)	54.92 (4.51)	56.55 (5.15)	58.82 (2.24)	56.61	2.65
* FA004	10.22 (3.06)	9.52 (4.44)	9.65 (7.90)	10.65 (6.52)	9.93 (9.09)	10.19	4.69
FA007	0.37 (2.70)	0.59 (8.00)	0.31 (9.84)	0.52 (0)	0.85 (4.76)	0.53	40.19
FA012	40.15	43.21	41.30	42.27	42.95	41.98	3.00

	(2.12)	(5.21)	(0.56)	(3.26)	(7.12)		
*FA015	22.55 (0.83)	23.11 (6.45)	25.05 (7.30)	24.50 (6.33)	25.15 (3.08)	24.07	4.89
FA018	7.18 (4.48)	6.62 (3.64)	7.65 (3.77)	6.53 (4.78)	6.32 (8.05)	6.86	7.93
FA042	0.92 (1.71)	0.78 (2.46)	1.15 (6.07)	0.87 (9.11)	0.71 (3.77)	0.89	18.99
注 1: * 液体样品, 为方便核算, 单位由(g/L)换算为%。 注 2: 括号中数字为相对相差, 单位%。							

由表 12 可知, 选取 8 种典型样品通过 5 家实验室测定结果比较, 黄腐酸含量大于 5.0% 时, 相对标准偏差均在 10.0 % 以下 (1.54%~7.93%), 说明此方法在黄腐酸含量相对较高时其再现性可满足分析测定要求。但黄腐酸含量小于 1.0% 时, 其相对标准偏差较大 (18.99%~40.19%), 说明该检测方法在黄腐酸含量较低时测定误差相对较大。

3.8 预期的经济效益、社会效益和生态效益

本标准项目属于《国家标准化发展纲要》第 4 条“重点支持基础通用、产业共性”等领域标准研制、第 14 条“建立健全碳达峰碳中和标准”范畴。本标准方法的建立, 将有效解决黄腐酸碳系数代表性差、及不同原料类型及复合型黄腐酸无碳系数的问题, 从根本上确保黄腐酸及黄腐酸肥料的碳核算、碳减排与评估的精准度水平。更好的指导黄腐酸原料及肥料的产品开发, 低碳生产与应用, 有效指导资源合理利用, 引领国际技术水平, 提高国际话语权, 提高社会效益。

提高检测效率, 减少检测成本 5.1% 左右, 进一步促进我国 500 多万吨黄腐酸产品的市场发展。为我国耕地质量提升、中低产田改造、化肥减量增效、黑土地保护、肥料行业高质量绿色发展等诸多方面提供技术支撑, 为我国现代化农业、生态文明建设及粮食安全战略做出

贡献。

4 与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

经标准查询、跟踪，国际国外尚未有“黄腐酸碳系数测定方法”的标准。有“黄腐酸含量”相关的国际标准 ISO 19822:2018 Fertilizers and soil conditioners — Determination of humic and hydrophobic fulvic acids concentrations in fertilizer materials 《肥料与土壤调理剂——肥料物质中腐植酸和疏水性黄腐酸含量的测定》。

本着标准与国际接轨的原则，GB/T 34765-2017 制定时，腐植酸与黄腐酸分离条件 pH 为 1.0，与国际腐殖质学会（IHHS）、国际土壤学会（IUSS）及美国、加拿大、日本、新西兰、西班牙等多数国家保持一致。本次修订 GB/T 34765-2017，除了进一步更改了容量法测定的条件外，又增加了重量法测定黄腐酸含量以及黄腐酸碳系数方法。经起草组和多家实验室充分验证，相对于相关的国际标准 ISO 19822:2018，本标准除了适用范围更广泛，也更符合黄腐酸行业现实的生产和应用，修订后的标准方法提高了对现有原料和肥料黄腐酸含量和碳系数的测定结果的准确性、重现性，是一种安全环保、普遍适用、经济有效、先进的通用技术标准。

5 以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因；

本标准为我国自主研发标准，未引用或采用国家国外标准。经查

询，国际国外未有“黄腐酸碳系数测定方法”的标准，“黄腐酸含量”相关的国际标准 ISO 19822:2018 Fertilizers and soil conditioners — Determination of humic and hydrophobic fulvic acids concentrations in fertilizer materials 《肥料与土壤调理剂——肥料物质中腐植酸和疏水性黄腐酸含量的测定》。

本标准未采用 ISO 19822 : 2018 的主要原因：ISO19822:2018 中黄腐酸（为 hydrophobic fulvic acids - 疏水性黄腐酸）的界定和检测与我国传统、应用及科学研究尚存有较大差异，黄腐酸是溶于酸、碱和水的，ISO 19822:2018 却应用“hydrophobic fulvic acids - 疏水性黄腐酸”，与其标准中黄腐酸的定义相矛盾，不能科学指导行业发展。

6 与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准与我国现行的相关法律、法规和强制性国家标准保持协调，是现行肥料领域强制性标准 GB 38400-2019、GB 18382-2001 的配套标准，是相关标准法规的技术延伸。

7 重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧意见。

8 涉及专利的有关说明

本标准不涉及专利。

9 实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和 实施日期的建议等措施建议

本标准以推荐性国家标准发布实施。建议本标准正式发布后 6 个月实施，原 GB/T 34765-2017 在过渡期内有效。

本标准发布实施后，通过标准化、科技、教育、培训机构，在全国各地开展各种形式的技术培训和示范，贯彻实施本标准。

10 其他应当说明的事项

无。

标准编制组

2023 年 3 月 28 日