

DB21

辽宁省地方标准

DB21/T XXXX—2018

腐植酸含量快速检测技术规程

Technical specification for rapid detection of humic acid content

(报批稿)

XXXX - X - X 发布

XXXX - X - X 实施

辽宁省市场监督管理局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则编写。

本标准由辽宁省农业农村厅提出并归口管理。

本标准起草单位：辽宁省农业科学院、辽宁顺屹农业科技有限公司。

本标准起草人：郝晓莉、陈芳、张馨予、李丽娜、卜庆状、詹德江、王在亮、邢华、李晴晴、郭书立、郝明。

本标准发布实施后，任何单位和个人如有问题和意见建议，均可以通过来电和来函等方式进行反馈，我们将及时答复并认真处理，根据实际情况依法进行评估及复审。

归口管理部门通讯地址：辽宁省农业农村厅（沈阳市和平区太原北街2号），联系电话：024-23447862

标准起草单位通讯地址：辽宁省沈阳市沈河区东陵84号，联系电话：024-31029902

腐植酸含量快速检测技术规程

1. 范围

本标准规定了矿物源总腐植酸、可溶性腐植酸、游离腐植酸的快速测定方法。

本标准适用于矿物源腐植酸原料（风化煤、褐煤和泥炭）中总腐植酸、游离腐植酸含量和腐植酸盐制品中的可溶性腐植酸含量的快速测定。

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，仅所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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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

GB/T 34766 矿物源总腐植酸的测定

GB/T 35106 矿物源游离腐植酸含量的测定

GB/T 35107 矿物源腐植酸肥料中可溶性腐植酸的测定

3. 试剂和材料

3.1 实验用水

本标准所用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

3.2 试剂

所用试剂及溶液的配制，在未注明规格和配制方法时，除非另有说明，均指分析纯试剂。实验中所使用的标准溶液，按HG/T 2843规定制备。

3.2.1. 硫酸（ H_2SO_4 ）， $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$

3.2.2. 硫酸溶液， $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$

量取2.70 mL浓硫酸，沿烧杯壁缓缓加入水中，不断搅拌，冷却至室温后定容至100 mL。

3.2.3. 硫酸溶液， $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.05 \text{ mol/L}$

量取2.70 mL浓硫酸，沿烧杯壁缓缓加入水中，不断搅拌，冷却至室温后定容至1000 mL。

3.2.4. 焦磷酸钠碱液 ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)

称取15 g焦磷酸钠和7 g氢氧化钠溶于适量水中，将溶液转入1 000 mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。

3.2.5. 氢氧化钠溶液 { $w[\text{NaOH}] = 1 \%$ }

称取10 g氢氧化钠溶于适量水中，冷却至室温后转移至1 000 mL的容量瓶中，定容至刻度，摇匀，储存于塑料瓶中。注意密封、避光存放，两个月内用完。

3.2.6. 重铬酸钾溶液， $c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1 \text{ mol/L}$

取重铬酸钾49 g置于1L烧杯中，加入600 mL~800 mL水，不断搅拌（必要时可加热溶解），待其完全溶解，当溶液处于室温时，转移到1 000 mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。

3.2.7. 有机碳标准溶液， $c(\text{C}) = 5.000 \text{ g/L}$

称取105 °C烘干2 h的苯甲酸钠 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2\text{Na}$ ，分析纯) 8.5714g（准确至0.1mg）加水溶解后，用水定容到1L，此溶液需现用现配。

4. 仪器

4.1 紫外-可见分光光度计

4.2 分析天平：感量0.01 g，感量0.0001 g。

4.3 离心机：转速3000rpm转/分以上。

5. 标准曲线

分别吸取有机碳标准溶液（4.7）0 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL至50 mL玻璃试管中，加水补至2.5 mL，相应碳含量分别为0 mg、2.5 mg、5.0 mg、7.5 mg、10.0 mg、12.5 mg。向试管中准确加入5 mL重铬酸钾溶液（4.6），然后沿管壁缓慢加入8 mL硫酸（4.1），避

免溅出，摇匀（此过程激烈放热，注意实验安全）。将试管置于 100 ± 2 °C 恒温箱中，加热氧化 90 min 后将试管取出，放入冷水中冷却至室温，将试管内液体全部转移至 50 ml 容量瓶中，定容、摇匀。在 590 nm 波长处测定吸光度值，以测出的吸光度值对碳含量绘制标准曲线。

6. 总腐植酸的测定

6.1 方法原理

采用焦磷酸钠碱液提取含矿物源腐植酸样品中的总腐植酸，得到提取液，在酸性条件下沉淀，分离除去非腐植酸的可溶性物质，在强酸条件下，用重铬酸钾氧化提取的总腐植酸，在 590 nm 的波长处产生最强吸光度值，用苯甲酸钠标准溶液配制标准曲线，查找出对应样品在标准曲线上的碳含量值，其结果用总腐植酸碳含量表示。

6.2 分析步骤

6.2.1 试样制备

试样经多次缩分后，取出 200 g，将其粉碎（研磨）全部通过 80 目标准筛，置于干燥样品瓶中，备用。

6.2.2 提取

称取试样 1.0 g（精确至 0.01 g）于 300 mL 锥形瓶中，加入 70 mL 焦磷酸钠碱液（4.4），摇动使样品润湿，于锥形瓶口加小漏斗，沸水浴中加热 30 min，期间摇动 3~4 次。取出锥形瓶，冷却后平均转移至两只 50 mL 塑料离心管中离心分离，离心速度为 3000 r/min，离心时间为 10 min，将离心后的上清液合并转移至 250 mL 容量瓶中，然后用水分多次洗涤锥形瓶中残渣至离心管中，对沉淀物进行洗涤离心，至可溶物萃取率大于 98%（固液体积比=1:10，洗涤两次，每次洗涤要将沉淀物摇匀），合并上清液于 250 mL 容量瓶中，加水定容，备用。

6.2.3 沉淀

吸取上述容量瓶中试样液体 10 mL（样品碳含量大于 30%，可根据样品含量适当减少吸取量）至 25 mL 玻璃离心管中，加入 0.5 mol/L 硫酸溶液（4.2）4 mL 酸化，混匀后静置 10 min，离心速度 3000 r/min，离心时间 10 min，弃去上清液。用 0.05 mol/L 的硫酸溶液（4.3）分多次洗涤沉淀、离心后弃去上清液，保留沉淀，至可溶物萃取率大于 98%（固液体积比=1:10，洗涤两次，每次洗涤要将沉淀物摇匀）。

6.2.4 测定

加入 5 mL 重铬酸钾溶液（4.6）至上述玻璃离心管中，然后沿管壁缓慢加入 8 mL 硫酸（4.1），避免溅出，摇匀（此过程激烈放热，注意实验安全）。将玻璃离心管置于 $100 \pm 2^\circ\text{C}$ 恒温箱中，90 min 后将离心管取出，放入冷水中冷却至室温，将玻璃离心管内液体全部转移至 50 mL 容量瓶中，定容、摇匀。在 590 nm 波长处测定吸光度值。根据标准曲线获得样品的碳含量值。除不加试样外，使用同样的试剂，进行空白试验。

7. 可溶性腐植酸的测定

7.1 方法原理

用蒸馏水提取含矿物源腐植酸样品中的可溶性腐植酸，得到提取液，在酸性条件下沉淀，分离除去非腐植酸的可溶性物质，在强酸条件下，用重铬酸钾氧化提取的可溶性腐植酸，在 590 nm 的波长处产生最强吸光度值，用苯甲酸钠标准溶液配制标准曲线，查找出对应样品在标准曲线上的碳含量值，其结果用可溶性腐植酸碳含量表示。

7.2 分析步骤

7.2.1 试样制备

按 6.2.1 操作。

7.2.2 提取

除提取剂采用蒸馏水之外，其他过程按 6.2.2 操作。

7.2.3 沉淀

吸取上述容量瓶中试样液体 10 mL（样品碳含量大于 30%，可根据样品含量适当减少吸取量）至 25 mL 玻璃离心管中，加入 2 mL 0.5 mol/L 硫酸溶液（4.2）酸化，混匀后静置 10 min，离心速度 3000 r/min，离心时间 10 min，弃去上清液。用 0.05 mol/L 的硫酸溶液（4.3）分多次洗涤沉淀、离心后弃去上清液，保留沉淀，至可溶物萃取率大于 98%（固液体积比=1:10，洗涤两次，每次洗涤要将沉淀物摇匀）。

7.2.4 测定

按 6.2.4 操作。

8. 游离腐植酸的测定

8.1 方法原理

采用稀碱溶液提取含矿物源腐植酸样品中的游离腐植酸，得到提取液，在酸性条件下沉淀，分离除去非腐植酸的可溶性物质，在强酸条件下，用重铬酸钾氧化提取的可溶性腐植酸，在 590 nm 的波长处产生最强吸光度值，用苯甲酸钠标准溶液配制标准曲线，查找出对应样品在标准曲线上的碳含量值，其结果用可溶性腐植酸碳含量表示。

8.2 分析步骤

8.2.1 试样制备

按6.2.1操作。

8.2.2 提取

除了提取剂采用氢氧化钠溶液（4.5）之外，其他过程按6.2.2操作。

8.2.3 沉淀

吸取上述容量瓶中试样液体 10 mL（样品碳含量大于 30%，可根据样品含量适当减少吸取量）至 25 mL 玻璃离心管中，加入 5 mL 0.5 mol/L 硫酸溶液（4.2）酸化，混匀后静置 10 min，离心速度 3000 r/min，离心时间 10 min，弃去上清液。用 0.05 mol/L 的硫酸溶液（4.3）分多次洗涤沉淀、离心后弃去上清液，保留沉淀，至可溶物萃取率大于 98%（固液体积比=1: 10，洗涤两次，每次洗涤要将沉淀物摇匀）。

8.2.4 测定

按 6.2.4 操作。

9. 结果计算和表述

分析样品中总腐植酸、可溶性腐植酸、游离腐植酸碳的质量分数 w ，数值以 % 表示，按以下公式计算。

$$w(\%) = \frac{cD}{1000m} \times 100$$

式中：

w — 总腐植酸、可溶性腐植酸、游离腐植酸碳的质量分数，单位为 % ；

c — 由标准曲线查得或回归方程算得试样测定液中碳的质量，单位为毫克（mg）；

m — 试样的质量，单位为克（g）；

D — 分取倍数，试样定容体积与分取体积之比；

1000 — 将 mg 换算为 g 的系数。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。计算结果保留到小数点后两位。

10. 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的3 %。