



中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 1182—2019

煤基腐植酸钾

Coal-based potassium humate

2019-11-28 发布

2020-06-01 实施

国家煤矿安全监察局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 技术要求 1

5 检验规则 2

6 试验方法 3

7 判定规则 4

8 产品标识 4

9 包装 4

10 运输和贮存..... 5

附录 A(规范性附录) 水不溶物含量测定 6

附录 B(规范性附录) 腐植酸钾中氧化钾含量的测定 8

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》进行编写。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本标准起草单位：中国科学院山西煤炭化学研究所、中国腐植酸工业协会、全国农业技术推广服务中心、山东创新腐植酸科技股份有限公司、内蒙永业生物科学技术研究院、煤炭科学技术研究院有限公司煤化工分院、国家电投集团内蒙古能源有限公司。

主要起草人：武丽萍、曾宪成、李荣、高祥照、韩立新、孙明广、王丽霞、丁华、白向飞、辛志光、史俊燕、杜茂福、仝宝生、王福江、刘占军、侯相林。

本标准为首次发布。

煤基腐植酸钾

1 范围

本标准规定了煤基腐植酸钾的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则及包装、标识、贮存和运输。

本标准适用于以风化煤、褐煤、泥炭为原料制得的煤基腐植酸钾。

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 211 煤中全水分的测定方法

GB/T 212 煤的工业分析方法

GB/T 3058 煤中砷的测定

GB/T 6679 固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 11957 煤中腐植酸产率的测定方法

GB/T 16658 煤中铬、镉、铅的测定

GB/T 16659 煤中汞的测定

GB/T 18877 有机—无机复混肥料

HG/T 3278—2011 农业用腐植酸钠

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

煤基腐植酸钾 coal based potassium humate

以含腐植酸的风化煤、褐煤、泥炭为原料,经与氢氧化钾离子交换反应制得的水溶性腐植酸钾盐,干燥后常温下为固态物质。

3.2

水溶性腐植酸含量 content of water soluble humic acid

腐植酸钾中在常温下可溶于水中的物质折算成的腐植酸含量。

3.3

水不溶物 insoluble solid in water

腐植酸钾中在常温下不溶于水、粒径大于 1 μm 的固体物质。

4 技术要求

4.1 外观

黑色、褐色颗粒或粉末。

4.2 产品等级

煤基腐植酸钾按产品质量划分为三型,分别是Ⅰ型煤基腐植酸钾、Ⅱ型煤基腐植酸钾、Ⅲ型煤基腐植酸钾。

4.3 质量要求

煤基腐植酸钾质量要求应符合表1的规定。

表1 煤基腐植酸钾质量要求

项目		符号	单位	技术要求		
				Ⅰ型	Ⅱ型	Ⅲ型
全水分		M_t	%	≤ 15.0		≤ 20.0
水溶性腐植酸含量		HA_d	%	≥ 65.0	≥ 55.0	≥ 45.0
水不溶物含量		WI_d	%	≤ 8.0	≤ 15.0	≤ 20.0
氧化钾含量		K_2O_d	%	≥ 10.0		≥ 8.0
pH值(1%水溶液)				8.0~10.5		
粒度	粉状 0.5 mm 筛上余物		%	≤ 5.0		
	粒状(1.00 mm~4.75 mm)		%	≥ 80		
砷		As_d	$\mu\text{g/g}$	≤ 30		
汞		Hg_d	$\mu\text{g/g}$	≤ 2		
镉		Cd_d	$\mu\text{g/g}$	≤ 5		
铬		Cr_d	$\mu\text{g/g}$	≤ 50		
铅		Pb_d	$\mu\text{g/g}$	≤ 50		

5 检验规则

5.1 一般要求

本标准中产品技术指标的数字修约应符合 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 规定的“修约值比较法”;产品质量指标合格判定应符合 GB 1250 中修约值比较法的规定。

5.2 组批

产品需按批进行检验,以 500 t 为一批。

5.3 采样

5.3.1 袋装产品

按 GB/T 18877 规定执行。

5.3.2 散装产品

按 GB/T 6679 规定执行。

5.4 制样

按 GB/T 18877 规定执行。

6 试验方法

6.1 全水分

按 GB/T 211 规定的方法执行。

6.2 分析水分

按 GB/T 212 规定的方法执行。

6.3 水溶性腐植酸含量

水溶性腐植酸含量测定参照 GB/T 11957 规定执行,其中样品前处理由氢氧化钠溶液改为蒸馏水处理。计算公式中碳系数按 HG/T 3278—2011 中 5.2.5 的规定执行,风化煤取 0.64,褐煤取 0.59,泥炭取 0.51。

6.4 水不溶物含量

按附录 A 规定的方法执行。

6.5 氧化钾含量

按附录 B 规定的方法执行。

6.6 pH 值(1%水溶液)

按 HG/T 3278 规定的方法执行。

6.7 腐植酸钾筛余物

按 HG/T 3278 规定的方法执行。

6.8 砷含量

按 GB/T 3058 规定的方法执行。

6.9 汞含量

按 GB/T 16659 规定的方法执行。

6.10 镉含量

本标准要求灰化器皿使用抗氧化石墨坩埚,规格 25 mL~30 mL,高型,上口外径 40 mm,上口内径 33 mm,下口外径 26 mm,下口内径 20 mm,外层高为 40 mm。测试方法按 GB/T 16658 规定执行。

6.11 铬含量

本标准要求灰化器皿使用抗氧化石墨坩埚,规格 25 mL~30 mL,高型,上口外径 40 mm,上口内径 33 mm,下口外径 26 mm,下口内径 20 mm,外层高为 40 mm。测试方法按 GB/T 16658 规定执行。

6.12 铅含量

本标准要求灰化器皿使用抗氧化石墨坩埚,规格 25 mL~30 mL,高型,上口外径 40 mm,上口内径 33 mm,下口外径 26 mm,下口内径 20 mm,外层高为 40 mm。测定方法按 GB/T 16658 规定执行。

7 判定规则

7.1 出厂检验

生产企业出厂检验项目为全水分、水溶性腐植酸含量、水不溶物含量、氧化钾、pH 值(1%水溶液)、粒度。

7.2 型式检验

型式检验为表 1 中规定的所有项目,下列情况时,应进行型式检验:

- a) 新产品设计定型鉴定及批试生产定型鉴定时;
- b) 正式生产时,原料、工艺及设备发生变化,可能影响产品性能时;
- c) 正式生产时,每一个月或积累到 1 000 t 后,进行一次检验;
- d) 批量生产间断、停产后又重新恢复生产时;
- e) 国家或地方质量监督机构提出型式检验要求时。

7.3 判定规则

出厂检验的结果全部符合本标准表 1 的技术要求时,则判定该批产品合格。

7.4 复检规则

如果生产企业出厂检验结果中有一项指标不符合本标准要求时,应重新自 2 倍量的包装袋中采取样品进行检验,重新检验结果中,即使有一项指标不符合本标准要求时,则判该批产品不合格。

8 产品标识

8.1 煤基腐植酸钾产品进行贸易时,应按 GB/T 18382 的规定进行标识,应标明产品名称(标明风化煤腐植酸钾、褐煤腐植酸钾、泥炭腐植酸钾)、商标、产品等级、净含量、水溶性腐植酸含量、本标准编号、生产登记证号、生产单位名称、地址及电话等。

8.2 每批出厂的产品都应附有煤基腐植酸钾产品标识或质量证明书,并作为煤基腐植酸钾流通的随行文件。

9 包装

9.1 一般腐植酸钾产品用编织袋内衬聚乙烯(聚丙烯)袋装或者三合一袋包装。分为 25 kg、40 kg 两种规格,允许的短缺量为净含量的 1%,平均每袋净含量分别不低于 25 kg、40 kg。

9.2 当腐植酸钾产品为粉状或超微细粉末状时,应采用铝塑复合袋热合封口。

9.3 产品的包装重量可以由生产经营、贮运和采购单位协商确定,按双方签订的协议执行。腐植酸钾产品用编织袋内衬聚乙烯(聚丙烯)袋包装或者用三合一袋包装。

10 运输和贮存

- 10.1 包装件在运输过程中要轻装轻卸,运输工具和装载工具应干净、平整、无突出的尖锐物。
- 10.2 包装件应贮存于场地平整、阴凉、通风干燥的仓库内。
- 10.3 包装件在运输和贮存的过程中应防潮、防湿、防阳光暴晒、防破损。

附 录 A
(规范性附录)
水不溶物含量测定

A.1 方法原理

试样用水溶解,经离心分离后得到粒度大于 $1\ \mu\text{m}$ 的水不溶物,测得水不溶物占试样重量的百分含量。

A.2 试剂和材料

A.2.1 慢速定量滤纸: $\phi 18\ \text{cm}$,滤孔直径 $1\sim 3\ \mu\text{m}$ 。

A.2.2 称量瓶: $\phi 50\ \text{mm}$,高度为 $30\ \text{mm}$ 。

A.2.3 玻璃漏斗: $\phi 90\ \text{mm}$ 。

A.2.4 锥形瓶: $250\ \text{mL}$ 。

A.3 仪器设备

A.3.1 电热恒温干燥箱:温度可控制在 $(110\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.2 离心机:最低转速为 $3\ 000\ \text{r/min}$,离心杯容积大于 $300\ \text{mL}$ 。

A.3.3 水浴恒温振荡器:温度控制在室温至 $100\ ^{\circ}\text{C}$ 的范围内;转速振幅:起动 $0\ \text{r/min}\sim 50\ \text{r/min}$ 。

A.4 分析步骤

A.4.1 滤纸恒重

将慢速定量滤纸两张折叠放入称量瓶中,在 $105\sim 110\ ^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘至恒重 m_1 ,用于一次过滤,同时准备另一份两张慢速定量滤纸+称量瓶,恒重 m_2 ,留作二次过滤用。

A.4.2 水不溶物的提取

称取磨至 $0.2\ \text{mm}$ (80 目)的空气干燥基试样约 $1.0\ \text{g}$ (精确至 $0.000\ 2\ \text{g}$),放入 $250\ \text{mL}$ 锥形瓶中,加入 $100\ \text{mL}$ 水,在水浴恒温振荡器(A.3.3)中,加热 $30\ \text{min}$,冷却至室温,然后将试液及不溶物转入离心机(A.3.2)的离心杯中,并以 $3\ 000\ \text{r/min}$ 转速离心 $30\ \text{min}$,将上层清液倾析到恒重的滤纸上(一次过滤用),离心残渣留在离心杯中待洗涤,滤液 A 收集。

A.4.3 水不溶物的洗涤

离心残渣用 $50\sim 60\ \text{mL}$ 水清洗并在 $3\ 000\ \text{r/min}$ 转速下离心 $30\ \text{min}$,上层澄清洗液倾析到滤纸上;离心残渣用水洗两次,离心得到的澄清洗液弃去,离心杯中残渣转移到滤纸上,洗涤至中性,得到洗液 B,将滤液 A 及洗液 B 合并得到 C 液,同时得到水不溶物(一次过滤)。

A.4.4 滤液及洗液(C 液)的二次过滤

C 液在 $3\ 000\ \text{r/min}$ 转速下离心 $30\ \text{min}$,将上层清液倾析到恒重的滤纸上(二次过滤用),用水洗涤

至中性,同时得到水不溶物(二次过滤)。

A.4.5 水不溶物干燥

将 A.4.3 和 A.4.4 得到的水不溶物与滤纸分别放入各自的称量瓶中,放入电热恒温干燥箱(A.3.1)在 105~110℃下烘 2 h,取出称量瓶先在空气中冷却 2~3 min,然后放入干燥器中冷却到室温(约需 20 min),称量,反复干燥、冷却和称量,直至连续两次称量的差值≤0.001 g,分别得到干燥后滤纸和称量瓶质量 m_3 、 m_4 ,计算水不溶物的质量 M_1 。

A.5 分析结果计算

腐植酸钾中水不溶物含量 WI_d (以干基计),用百分比(%)表示,按式(A.1)计算,取平行测定结果的算术平均值作为测定结果:

$$WI_d = \frac{M_1}{m \left(\frac{100 - M_{ad}}{100} \right)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

$$M_1 = (m_3 - m_1) + (m_4 - m_2) \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

M_1 —— 水不溶物的质量,单位为克(g);

m —— 试样的质量,单位为克(g);

M_{ad} —— 试样的空气干燥基水分,用百分比表示(%)。

m_1 —— 已恒重的一次过滤用滤纸和称量瓶的质量,单位为克(g);

m_2 —— 已恒重的二次过滤用滤纸和称量瓶的质量,单位为克(g);

m_3 —— 已恒重的一次过滤得到的水不溶物、滤纸和称量瓶的质量,单位为克(g);

m_4 —— 已恒重的二次过滤得到的水不溶物、滤纸和称量瓶的质量,单位为克(g)。

A.6 允许差

重复性限和再现性限应符合表 A.1 规定的数值。

表 A.1 水不溶物含量测定结果允许误差

水不溶物含量 WI_d %	重复性限 %	再现性限 %
≤5	≤0.2	≤0.3
>5~≤10	≤0.3	≤0.4
>10~≤15	≤0.5	≤0.6
>15	≤0.6	≤0.8

附 录 B
(规范性附录)

腐植酸钾中氧化钾含量的测定

B.1 方法原理

试样在酸性介质中抽提,然后在弱碱性介质中,四苯硼酸钠与钾离子反应生成四苯硼酸钾沉淀,将沉淀物称重后,根据沉淀物质量计算出氧化钾的含量。

B.2 试剂和材料

B.2.1 氢氧化钠(GB/T 629)溶液,200 g/L:称取 200 g 氢氧化钠溶于 600 mL 水中,然后转移至容量瓶中,并定容到 1 000 mL。

B.2.2 六水氯化镁(GB/T 627)溶液,100 g/L:称取 100 g 六水氯化镁溶于 600 mL 水中,然后转移到容量瓶中,并定容到 1 000 mL。

B.2.3 四苯硼酸钠(HG/T 31164)溶液,15 g/L:称取 15 g 四苯硼酸钠溶于 400~500 mL 的水中,加入 8 mL 氢氧化钠溶液和 20 mL 六水氯化镁溶液,搅拌 15 min,静置后用滤纸过滤。若出现浑浊,重复过滤至清液为止。滤液收集于 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释到刻度。该溶液贮存于暗处,保存期不超过一个月,使用前再过滤。

B.2.4 四苯硼酸钠洗涤溶液:取 1 体积四苯硼酸钠溶液,用水稀释到 10 体积。

B.2.5 乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA)(GB/T 12593—2007)溶液,40 g/L:称取 40 g EDTA 溶于 1 000 mL 蒸馏水中。

B.2.6 酚酞(GB/T 10729)溶液,5 g/L:称取 0.5 g 酚酞溶于 100 mL 95%乙醇(GB/T 679—2002)溶液。

B.2.7 盐酸(GB/T 622),体积比 1:6 水溶液:取 1 体积的盐酸溶于 6 体积的水中。

B.3 仪器设备

B.3.1 电热恒温干燥箱:温度可控制在 $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

B.3.2 玻璃烧结坩埚: G_4 。

B.4 测定步骤

B.4.1 溶样

称取磨至 0.2 mm(80 目)的分析试样 1 g(称准至 0.000 2 g)于 250 mL 锥形瓶中,加入体积比 1:6 盐酸溶液(B.2.7)100 mL,瓶口盖一小漏斗,放入 100 $^\circ\text{C}$ 的水浴中抽提 1 h。冷却后用水定容至 250 mL 容量瓶中,干滤纸过滤,弃去初滤液。取上述滤液 25 mL 于 250 mL 烧杯中,加 EDTA 20 mL,加酚酞指示剂 2~3 滴,用 20%氢氧化钠(B.2.1)调到红色出现并过量 2 mL,加热煮沸 15 min,若红色消失,再用氢氧化钠调到红色。

B.4.2 沉淀

在不断搅拌下加入四苯硼酸钠溶液(B.2.3),加入量按 1 mg 氧化钾为 0.8 mL,并过量 8 mL,继续搅拌 1 min,静置 15 min 以上,用已于(120±5)℃恒重的 G₄ 坩埚将上述悬浮液过滤,用四苯硼酸钠洗涤溶液(B.2.4)洗涤沉淀 5~7 次,每次 5 mL,最后用水洗两次,每次 5 mL。

B.4.3 干燥

将盛有沉淀物的坩埚于(120±5)℃干燥箱(B.3.1)中烘 1.5 h,取出冷却,称重,以后再进行几次检查性干燥,每次 0.5 h,直到瓶重变化不大于 0.001 g 为止。

B.4.4 空白测定

除不加试样外,其余程序参照 B.4.1 至 B.4.3 执行。

B.5 分析结果计算

腐植酸钾中氧化钾含量(以干基计)用百分比表示(%),按式(B.1)计算:

$$W_{K_2O_d} = \frac{[(G_2 - G_1) - (G_4 - G_3)] \times 0.1314}{G_0 \times \frac{V}{250} \times (1 - M_{ad})} \times 100\%$$

.....(B.1)

- 式中:
- G₀ —— 试样重量,单位为克(g);
 - G₁ —— 坩埚重量,单位为克(g);
 - G₂ —— 盛有沉淀物的坩埚重量,单位为克(g);
 - G₃ —— 空白试验的坩埚重量,单位为克(g);
 - G₄ —— 空白试验过滤后的坩埚重量,单位为克(g);
 - 0.131 4——四苯硼酸钾质量换算为氧化钾质量的系数;
 - V —— 取试样液体体积,单位为毫升(mL);
 - M_{ad} —— 样品的空气干燥基水分,用百分比表示(%)。

B.6 允许差

重复性限和再现性限应符合表 B.1 规定的数值。

表 B.1 氧化钾含量测定结果

氧化钾含量 %	重复性限 %	再现性限 %
≤10	≤0.2	≤0.3
10~20	≤0.3	≤0.6
≥20	≤0.4	≤0.8

中 华 人 民 共 和 国 煤 炭
行 业 标 准
煤基腐植酸钾
MT/T 1182—2019

*
应急管理出版社 出版
(北京市朝阳区芍药居 35 号 100029)
网址:www.cciph.com.cn
北京建宏印刷有限公司 印刷
全国新华书店 经销

*
开本 880mm×1230mm 1/16 印张 1
字数 17 千字
2020 年 4 月第 1 版 2020 年 4 月第 1 次印刷
15 5020 · 1034

社内编号 20193528 定价 18.00 元
版权所有 违者必究

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,本社负责调换

MT/T 1182—2019