

中华人民共和国农业行业标准

NY/T ××××—2021

饲料原料 腐植酸钠

Feed material—Sodium humate

(公开征求意见稿)

2021-××-××发布

2021-××-××实施

中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本文件按照 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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

饲料原料 腐植酸钠

1 范围

本文件规定了饲料原料腐植酸钠的术语定义、技术要求、取样、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于泥炭、褐煤或风化煤粉碎后，与氢氧化钠溶液充分反应得到的上清液，经浓缩、干燥或通过制粒等工艺进一步精制得到的饲料原料腐植酸钠。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6435-2014 饲料中水分的测定
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB 10648 饲料标签
- GB 13078 饲料卫生标准
- GB/T 14699.1 饲料 采样
- GB/T 18823 饲料检测结果判定的允许误差
- HG/T 3278-2018 腐植酸钠

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

可溶性腐植酸 soluble humic acid

在水溶液中呈离子态的腐植酸。

4 技术要求

4.1 外观与性状

黑色的片状或颗粒或粉末，无结块，无异嗅。

4.2 技术指标

应符合表1的规定。

表 1 技术指标

项目	指标		
	一级	二级	三级
可溶性腐植酸(以干基计)/% \geq	70	63	55
水不溶物(以干基计)/% \leq	15	20	25
水分/% \leq	12		
pH 值(1%水溶液)	7~11		

4.3 卫生指标

符合GB 13078的规定。

5 取样

按GB/T 14699.1的规定执行。将样品多次缩分，取约200 g研磨或粉碎至全部通过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。

6 试验方法

6.1 感官检验

取试样适量置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下观察其色泽和形态，并嗅其气味。

6.2 可溶性腐植酸

平行做两份试验。按 HG/T 3278-2018中5.2的规定执行。

6.1 水不溶物

平行做两份试验。按照 HG/T 3278-2018 中 5.5 的规定执行。其中离心转速改为 **3000 r/min**；海砂（粒度 0.65 mm~0.85 mm，装于折好的定量滤纸上）、定量滤纸（d 15 mm 中速）和称量瓶同时恒重；改用 350 mL 沸水每次 50 mL 洗涤；水不溶物含量≤20%时两次独立测定结果的绝对差值改为≤2.0%。两份平行试验如遇过滤时间相差较长时，可以考虑重新称样检测。

6.2 水分

平行做两份试验。按GB/T 6435-2014中8.1 的规定执行。

6.3 pH 值

平行做两份试验。按照 HG/T 3278-2018 中 5.4 的规定执行。

6.4 卫生指标

按GB 13078的规定执行。

7 检验规则

7.1 组批

以相同原料、相同的生产工艺、连续生产或同一班次生产的产品为一批，但每批产品不得超过10吨。

7.2 出厂检验

检验项目为外观和性状、可溶性腐植酸、水不溶物、水分。

7.3 型式检验

型式检验项目为本文件第4章规定的所有项目。在正常生产情况下，每半年至少进行1次型式检验。在有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

- a) 产品定型投产时；
- b) 生产设备、工艺、配方或主要原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产3个月或以上，重新恢复生产时；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- e) 饲料行政管理部门提出要求时。

8 判定规则

8.1.1 所检项目全部合格，判定为该批次产品合格。

8.1.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时，可自同批产品中重新加倍取样进行复检。若结果复检结果仍不符合文件规定，则判定该批产品不合格。微生物指标不得复检。

8.1.3 检验结果判定的允许误差按 GB/T 18823 的规定执行（卫生指标除外）。

8.1.4 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中全数值比较法执行。

9 标签、包装、运输、贮存和保质期

9.1 标签

按 GB 10648 执行。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮、密封。

9.3 运输

运输过程中应防止包装破损、日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混运。

9.4 贮存

贮存于通风、干燥处，禁止与有毒有害物质混贮。

9.5 保质期

未开启包装的产品，在规定的运输和贮存条件下，自生产之日起保质期为24个月。

中华人民共和国农业行业标准

《饲料原料 腐植酸钠》

编制说明

（公开征求意见稿）

山东省饲料质量检验所

2020年9月

一、标准制定背景及任务来源

1、制定背景

于2013年12月19日起施行的《饲料原料目录》(农业部第2038号公告)规定:腐植酸钠为泥炭、褐煤或风化煤粉碎后,与氢氧化钠溶液充分反应得到的上清液,经浓缩、干燥得到的产品或通过制粒等工艺进一步精制得到的产品,其中可溶性腐植酸不低于55%,水分不高于12%。因此,现行的《饲料添加剂用腐植酸钠技术条件》(MT/T 745-1997)与《饲料原料目录》中的产品规格不一致,且重金属的种类、含量的检测方法等也需要进一步的改进。本标准规定了腐植酸钠产品的技术指标,完善了卫生指标及保质期等,为开展产品质量监督监测和解决质量争议,提供了法律意义上的技术支撑。

2、任务来源

农业行业标准《饲料原料腐植酸钠》制定项目,是农业部2016年下达的任务,序号为2016-29-53,归口全国饲料工业标准化技术委员会。

3、主要起草单位

主要起草单位为山东省饲料质量检验所,协作单位有山东亚太海华生物科技有限公司与齐鲁工业大学。

二、主要工作过程

1、2016.1-2016.6 查询文献,并收集相关生产企业腐植酸钠产品的生产工艺、企业标准和样品。

2、2016.7-2016.10 对样品进行检测。

3、2016.11 -2017.4 在济南召集生产企业讨论腐植酸钠产品标准

的技术指标及检测方法，通过不同实验室的检测结果比对，初步确定产品的技术指标和检测方法等。

4、2017.5-2017.10 查阅国内外腐植酸钠产品的相关标准和检测方法，和国内生产企业沟通，确定产品的技术指标和检测方法。

5、2018.1-2018.5 在山西灵石召集生产企业再次论证技术指标及检测方法。

6、2018.6-2018.10 形成标准文本和编制说明的征求意见稿，并广泛征求意见。

7、2018.11 根据征集到的专家意见，进一步修改标准文本和编制说明，并进行了部分试验验证，形成标准文本和编制说明的预审稿。

8、2018.11.15 在北京召开预审会，根据专家建议进一步完善实验数据。

9、2018.12-2019.2 根据中国饲料工业协会行业指导处备案的饲料原料腐植酸钠生产企业名录，收集各企业腐植酸钠样品。

10、2019年3月搜集到HG/T 3218-2018《腐植酸钠》标准，与起草人沟通并索取编制说明。

11、2019.4-2019.7 对市场和生产企业收集到的腐植酸钠样品进行检验和数据分析。

12、2019.8-2020.5 根据HG/T 3218-2018《腐植酸钠》中的重量法检测方法和预审稿中容量法，以及水不溶物检测方法，进行比较研究和数据比对分析，形成标准文本和编制说明的第二次预审稿。

13、2020年6月3日预审后，根据专家委员会意见，进一步优化水不溶物的检测方法，根据检测结果确定分级指标。在编制说明中补充了可溶性腐植酸测定稳定性的相关数据。

14、2020.6-2020.9 进一步优化水不溶物检测方法，补充试验数据

等，形成送审稿。

三、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

（一）标准编制原则

- 1、技术指标尽可能与先进标准一致。
- 2、技术指标尽可能符合国内生产实际。
- 3、检验方法尽可能简便实用。
- 4、检验试剂尽可能环保安全。

（二）主要技术内容确定的依据

1、国内外标准情况

饲用腐植酸钠产品在美国、欧盟均未查到相应的规定，因此本标准的规定无法与国外标准进行对比。原煤炭工业部行业标准《饲料添加剂用腐植酸钠技术条件》（MT/T 745-1997）技术指标主要引用原化工部行业标准《腐植酸钠》（ZB G21005-1987,1988 年国家取消专业标准，标准编号改为 HG/T 3278-1987）；而《农业用腐植酸钠》（HG/T 3278-2011）是原化工部行业标准《腐植酸钠》（HG/T 3278-1987）的修订版；《腐植酸钠》HG/T3278-2018 是《农业用腐植酸钠》（HG/T 3278-2011）的再次修订版。《腐植酸钠》HG/T3278-2018 主要侧重于农作物的肥料应用，对于畜禽饲料原料并未涉及。其它如《煤中腐殖酸产率测定方法》（GB/T 11957-2001）、《腐殖酸铵肥料分析方法》（HG/T 3276-1999）、《铅酸蓄电池用腐殖酸》（HG/T 3589-1999）、《含腐殖酸水溶肥料》（NY/T 1106-2006）及《钻井液用磺化褐煤》（SY/T 5092-2002）等都有明显的行业属性且均未涉及饲料行业。因此，作为《饲料原料腐植酸钠》的本标准，在制定过程中紧扣畜禽健康生长与食品安全的主题，对相应技术指标进行规定。

腐植酸钠产品的相关标准与本标准的比较见表 1。

表 1 腐植酸钠产品相关标准及本标准比较

项目	饲料添加剂 MT/T 745-1997	腐植酸钠 (HG/T 3278-2018)	本标准
外观与性状	黑色颗粒或粉末	黑色、黑褐色颗粒或粉末	黑色的片状或颗粒或粉末
可溶性腐植酸 (以干基计)/%, ≥	50	30; 40; 50; 60	55; 63; 70
pH 值 (1%水溶液)	7-9	9-11; 9-11; 8-10; 8-10	7-11
水不溶物 (以干基计)/%, ≤	25	25; 20; 10; 5	15; 20; 25
水分/%, ≤	15	15; 20	12
灼烧残渣(以干基 计)/%, ≤	---	---	---
铅/ (mg/kg), ≤	25	200	15
砷/ (mg/kg), ≤	10	50	10
镉/ (mg/kg), ≤	---	10	2
铬/ (mg/kg), ≤	---	500	5
汞/ (mg/kg), ≤	---	5	0.1
储存条件及保质期	---	---	常温, 24 个月

从表 1 可以看出, 本标准中的水分、可溶性腐植酸和卫生指标(符合 GB 13078-2017) 等要求, 其技术水平均显著高于《饲料添加剂用腐植酸钠技术条件》(MT/T 745-1997)和《腐植酸钠》(HG/T3278-2018)。《腐植酸钠》(HG/T 3278-2018) 技术要求截图见图 1。

HG/T 3278—2018

4.2 腐植酸钠产品的技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 腐植酸钠产品的技术指标要求

项 目	指 标			
	优级品	一级品	二级品	三级品
可溶性腐植酸含量 (以干基计)/% ≥	60	50	40	30
水不溶物含量 (以干基计)/% ≤	5	10	20	25
水分/% ≤	15		20	
pH 值 (1:100 倍稀释)	8~10		9~11	
1.00 mm 筛的筛余物 ^a /% ≤	5			
粒度 (1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm) ^b / % ≥	70			
^a 粒状产品不做该指标要求。				
^b 粉状产品不做该指标要求。				

图 1HG/T 3278-2018 技术指标

2、国内企业生产工艺及其产品标准状况调研

腐植酸钠的生产工艺每个生产企业略有差异，主反应过程各家企业基本相同，都是泥炭、褐煤或风化煤等与氢氧化钠进行反应，只是在后期干燥过程中，不同公司分别采用了自然晾晒、滚筒干燥和喷雾干燥，因干燥工艺的不同，最终产品有粉末、片状、不规则颗粒及规则颗粒等多种性状。其中以山西海之华生物科技有限公司为代表的个别公司采用两步碱反应，提高了腐植酸钠产品中酚羟基等活性基团的含量，同时在干燥过程中采用三效浓缩与喷雾干燥相结合的工艺，大大降低干燥过程中的温度，避免腐植酸产品中酚羟基等活性基团的失活，大幅提高了产品功效。鉴于该工艺在国内腐植酸钠生产企业中只是个例（2/29），我们以占 90%以上企业的工艺及技术指标作为本标准制定的基础。

目前主流的生产工艺流程，如图 2 所示。

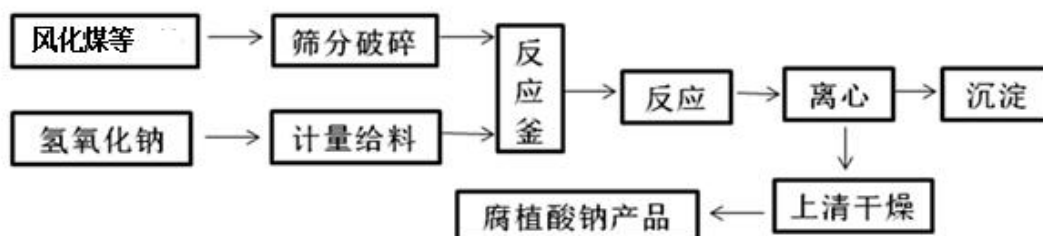


图 2 腐植酸钠合成工艺流程图

从中国饲料工业协会行业指导处查得：国内获得单一饲料生产许可证的企业计有 26 家，主要分布于黑龙江（6）、山西（4）、江西（3）、内蒙（2）、宁夏（2）、辽宁（2）、山东（2）和吉林、甘肃、新疆、河南和湖南，通过会议、电话、网络 and 邮件等方式，收集到了 22 家公司（见表 2）的相关标准，并进行了比较研究。企业标准情况汇总见表 3。

表 2 全国饲用腐植酸钠生产企业列表（以企业标准备案为依据）

序号	企业名称	标准名称	发布时间
1	萍乡市乐乐腐殖酸厂	Q/PLF003-2016《饲料原料腐植酸钠》	2016/09/17 20:33:10
2	江西省三汇科技有限公司	Q/SHT003-2017《饲料原料腐植酸钠》	2017/07/04 18:40:57
3	宁夏斯隆生物技术有限责任公司	Q/NXSL 001-2017《饲料原料腐植酸钠》	2017/07/19 13:17:43
4	山西海之华生物科技有限公司	Q/140729SXH-2017《饲料原料腐植酸钠》	2018/01/22 10:48:19
5	山东亚太海华生物科技有限公司	Q/370112JNH010-2017《饲料原料腐植酸钠》	2018/03/05 13:57:27
6	长沙正利生物科技有限公司	Q/BAUV001-2016《饲料原料腐植酸钠》	2018/03/22 10:36:43
7	金美诺生物科技有限公司	Q/JMN 123-2018《饲料原料腐植酸钠》	2018/09/04 11:36:35
8	洪洞县万槐腐植酸加工有限公司	Q/WHFZS 001-2018《单一饲料腐植酸钠》	2018/04/29 08:59:00
9	山西丰联农业有限公司	Q/140700-654-2015《单一饲料原料腐植酸钠》	2018/02/28 15:34:04
10	北京富仕特农业发展有限公司张家口分公司	Q/XHBJFST001-2018《单一饲料原料腐植酸钠》	2018/04/23 10:37:06
11	安徽荣达生物技术有限公司	Q/RDSW007-2018《单一饲料原料腐植酸钠》	2018/07/17 15:11:55
12	宁夏润土生物科技有限公司	Q/NXRT002-2018《单一饲料腐植酸钠》	2018/02/04 11:18:49
13	阿拉尔市慧畅腐植酸有限公司	Q/HCFZS001-2018《单一饲料腐植酸钠》	2018/07/07 09:37:55
14	江西华兴保鲜剂有限公司	Q/JHX 2002-2018《单一饲料腐植酸钠》	2018/08/13 09:44:07
15	黑龙江省赤牛饲料添加剂有限公司	Q/HSZGL 001-2018《腐植酸钠》	2018/05/18 10:32:23

16	黑龙江省佳禾腐植酸有限责任公司	Q/HJH 001-2018《腐植酸钠》	2018/01/31 15:24:04
17	萍乡市红土地腐植酸有限公司	Q/HTD007-2016《饲料用腐植酸钠》	2016/12/18 19:25:43
18	濮阳市创新实业有限公司	Q/PYCX001-2017《腐植酸钠》	2017/03/20 11:00:26
19	武威曦景农业科技有限公司	Q/WWXJ002-2016《腐植酸钠》	2018/09/22 10:03:47
20	黑龙江惠丰牧业有限公司	Q/HHF001-2018《腐植酸钠》	2018/08/09 10:00:28
21	新疆双龙腐植酸有限公司	Q/XJSL021-2018《饲料用腐植酸钠》	2018/01/09 12:29:47
22	山东创新腐植酸科技股份有限公司	Q/1500SCX007-2018《腐植酸钠》	2018/07/23 16:19:29

表3 生产企业标准情况

生产企业	萍乡市乐乐腐植酸厂	江西省三汇科技有限公司	宁夏斯隆生物技术有限公司	山西海之华生物科技有限公司	山东亚太海华生物科技有限公司	长沙正利生物科技有限公司	金美诺生物科技有限公司	洪洞县万槐腐植酸加工有限公司	山西丰联农业有限公司	北京富仕特农业发展有限公司张家口分公司	安徽荣达生物技术有限公司	宁夏润土生物科技有限公司	阿拉尔市慧畅腐植酸有限公司	江西华兴保鲜剂有限公司
外观与性状	黑色、棕色颗粒或粉末，无气味	黑色、棕色颗粒或粉末，无气味	黑色、褐色片状或粉末或颗粒	褐色或黑色颗粒、片状、粉末，无发霉变质、结	褐色或黑色颗粒，无发霉变质、结块，无异嗅	黑色、棕色颗粒或粉末，包膜形是灰白色颗粒，无发霉变质、	褐色或黑色颗粒，无结块、发霉变质及异味、异嗅	黑色、褐色片状或粉末或颗粒	呈黑色颗粒或粉末	呈黑色、褐色片状、粉末或颗粒	呈黑色颗粒或粉末	黑色、褐色颗粒或粉末	褐色或黑色颗粒，无发霉变质、结块，无异嗅	黑色或黑褐色，细度均匀地无规则片状或粉末，无异味，无肉

				块, 无异嗅		结块, 无异味								眼可见杂质
腐植酸含量(以干基计)/%, \geq	65; 55	65; 55	65; 62.5	58; 60; 62 (风干计)	58; 60; 62 (风干计)	55; 39.6; 40; 39.6	55 (风干计)	60; 55 (以风干计)	50	57; 55; 55	60; 50	70; 55	55; 58; 60 (风干计)	55
黄腐酸含量 (以干基计) /%, \geq								(以风干计) 3;	3;		3;			
pH 值	8-11; 8-11	8-11; 8-11	9-11; 9-11			8-11		9-11	7-9; 7-9	8-10; 8-10; 8-11	7-9; 7-9	8-9.5; 8-10		
水不溶物 (以干基计) /%, \leq			5; 8					5; 8	8; 10		8; 10	10; 15		
水分含量 /%, \leq	12; 15	12; 15	12; 12	12; 12; 12	12; 12; 12	12; 12; 12; 12	12	12; 12	15; 15	12; 12; 12	15; 15	10; 12	12; 12; 12	12
灰分 (以干基计) /%, \leq												20; 30		
铅/ (mg/kg)	0.002%; 0.002%	0.002%; 0.002%	15.0	40	40	15	20.0	14	0.0025%; 0.0025%		0.0025%; 0.0025%		30	25

砷/ (mg/kg)	0.0005% 0.005%	0.0005%; 0.0005%	10.0	10	10	10	10.0	8.0	0.001%; 0.001%		0.001%; 0.001%		10	10
汞/ (mg/kg)	0.000075% ;	0.000075% ;		0.1	0.1	0.1		0.1						
镉/ (mg/kg)	0.000075% ;	0.000075% ;		0.5	0.5	5	0.5	2						
氟/ (mg/kg)	0.18%; 0.18%	0.18%; 0.18%		1000	1000	400	800	300					1000	
铬/ (mg/kg)								4.0						
储存条件 及保质期 (月)	贮存在清洁 阴凉干燥的 仓库内，防 潮防晒防破 裂，不得与 有害有毒的 物质或其它 有污染的物品混装贮运	贮存在清洁 阴凉干燥的 仓库内，防 潮防晒防破 裂，不得与 有害有毒的 物质或其它 有污染的物品混装贮运	要有防 雨防潮 防鼠放 虫通风 等设施， 有防火 通道，保 质期 12 个月	贮存于 平整阴 凉通风 干燥的 仓库 内， 保质期 24 个月	贮存于平 整阴凉通 风干燥的 仓库内	放于阴凉 干燥处， 防潮防晒 防破裂， 不得与有 害有毒的 物质或其 它有污染 的物品混 装贮运	存放在通 风干燥的 地方，避 免污染， 保质期 24 个月	要有防雨 防潮防鼠 放虫通风 等设施， 有防火通 道，保质 期 12 个月	放置在干 燥处，并 禁止与有 毒物品一 起存放保 质期 180 天	贮存在清 洁干燥阴 凉通风无 污染无有 害物质的 仓库中， 保质期 3 年	放置于干 燥处，禁 止有毒物 品一起存 放，保质 期 180 天	贮存在通 风干燥阴 凉处，不 得与有毒 有害或有 污染的物品混合贮 存	存放在通 风干燥无 污染的地 方，避免 与有毒有 害物质混 合存放， 保质期 24 个月	贮存于通 风干燥的 仓库内， 避免日晒 雨淋，不 得与有毒 有害物质 或其他杂 物混放， 保质期 12 个月

表 3 生产企业标准情况（续）

生产企业	黑龙江省赤牛饲料添加剂有限公司	黑龙江省佳禾腐植酸有限责任公司	萍乡市红土地腐植酸有限公司	濮阳市创新实业有限公司	武威曦景农业科技有限公司	黑龙江惠丰牧业有限公司	新疆双龙腐植酸有限公司	山东创新腐植酸科技股份有限公司
外观与性状	黑褐色粉末或颗粒	黑色亮片、黑色晶体颗粒或粉末。	黑色、褐色、灰色；粉末、片状晶体或颗粒	黑色颗粒	黑色颗粒或粉末	黑色有光泽的颗粒或粉末，	黑色粉末状，无结块，无味	黑色颗粒或粉末
腐植酸含量(以干基计)/%，≥	粉末含量>30%;颗粒含量>50%;	55	一级≥65%;合格≥55%	优等≥57%,一级≥55%	55	一级≥55%;二级≥45%	55	55
黄腐酸含量（以干基计）/%，≥								
pH		9~11				一级：9~11; 二级 9~11.5	8~10	7~9
水不溶物（以干基计）/%，≤		12				一级≤15%; 二级≤25%	25	25
水分含量/%，≤		12	12	优等≤10%; 一级≤12%	12	优等≤15%; 一级≤18%	12	12
粗灰分（以干基计）/%，≤		40					35	
铅/（mg/kg），≤		10				优等≤0.002%; 一级≤0.0025%	25	0.0025%

砷/ (mg/kg), ≤		2				0.001%	10	0.001%
汞/ (mg/kg), ≤							2	
镉/ (mg/kg), ≤							2	
氟/ (mg/kg), ≤								
铬/ (mg/kg), ≤							25	
储存条件及保质期 (月)	应贮存于阴凉干燥处, 密封保存。库房应通风良好, 干燥, 严防污染。在规定的贮运条件下, 保质期 24 个月。开封后应尽快使用, 以免变质。	在符合贮运条件下, 产品保质期为 24 个月。	产品存放场地要平整、阴凉、通风干燥的仓库内, 防潮、防湿、防阳光暴晒, 产品未开封, 保质期为 36 个月。	存放于通风、干燥处, 保存期为 24 个月。	存放于通风、干燥处, 保存期为 24 个月。	贮存于干燥处, 避免雨淋、日晒	应储存于清洁、干燥、阴凉和通风处, 防潮防虫。在原包装密封条件下, 保质期为 36 个月。	在运输和贮存中, 应防潮、防晒, 防雨, 防破损, 包装完整未拆封情况下, 保质期为 36 个月。

由表 3 可见, 目前国内腐植酸钠产品标准不尽统一, 尤其是在技术参数的种类和量值上。

总的来看: 可溶性腐植酸 (以干基计) 55%、60%、65%居多; pH 值 7-9、8-10、8-11、9-11 居多; 水不溶物 (以干基计) 5%、8%、10%、15%、25%居多; 水分 12%、15%居多; 灼烧残渣 20%、30%、35%、40%各一个; 保质期 12 个月、24 个月、36 个月居多。

3、腐植酸钠产品技术要求的确定

本标准中主要技术指标依据畜禽养殖及饲料生产中的具体要求，根据国内生产企业实际确定。

综合调研的信息，获得饲料生产许可证的企业不一定是产品的原产地，市场上也有一些产品并没有获得生产许可证。根据中国饲料工业协会行业指导处索取的获得许可证的生产企业名单，经多次打电话、发微信、发邮件，甚至动用省级饲料管理部门，有3家公司以各种理由推脱未取得样品。共收集到23家腐植酸钠生产企业的29份样品，另外也从饲料企业收集到70份腐植酸钠样品（有一部分样品非饲料原料腐植酸钠），对其外观与性状、可溶性腐植酸钠、pH值、水分、水不溶物及灼烧残渣等进行检测和分析。

表4 29家腐植酸钠生产企业提供的加工工艺和技术数据

样品编号	干燥工艺	含量(干基)	水不溶物(干基)	水分	pH
1	滚筒烘干	≥55 风化煤	≤20	≤15	8~10
2	滚筒烘干	69.5 褐煤	11.3	20.1	10.5
3	沉淀、自然干燥、再滚筒烘干	57 风化煤	≤20	--	9.3~9.5
4	滚筒烘干	≥55 风化煤	≤5	≤15	8~9
5	滚筒烘干	≥55 风化煤	≤25	≤12	9~11
6	滚筒烘干	63.5 风化煤	11.2	16.8	9.5
7	滚筒烘干	65 褐煤	5	12	9.8
8	滚筒烘干	≥65 褐煤、风化煤	≤1	13-15	8~11
9	喷雾干燥	≥65 褐煤、风化煤	≤1	13-15	8~11
10	滚筒烘干	61 风化煤	≤5	14.3	8.2
11	滚筒烘干	≥60 风化煤	≤15	≤15	8~11
12	先沉淀(2级)晾晒、制粒烘干	68.7 褐煤	12.7	8.4	10.6
13	滚筒烘干	55.3	--	14.6	10.5
14	干法恒温干燥	35.6 褐煤	--	11.5	9.5
15	半干法滚筒干燥	≥55 风化煤	≤25	≤15	8~10
16	滚筒烘干	≥65 风化煤	≤10	≤15	9~10
17	滚筒烘干	≥50 褐煤	≤10	≤15	9~10
18	滚筒烘干	≥65 风化煤	≤10	≤12	9~11
19	滚筒烘干	70 风化煤	12.4	12.4	10.6

20	喷雾干燥	≥60 风化煤（颗粒状）	≤10	≤12	≤7.5
21	滚筒烘干	≥58 风化煤（片状）	≤10	≤15	≤11
22	滚筒烘干	≥60 风化煤（片状）	≤10	≤12	≤11
23	滚筒烘干	≥55 风化煤（粉状）	≤12	≤15	≤11
24	滚筒烘干	≥60 风化煤	9	15	10.5
25	滚筒烘干	55 褐煤、风化煤	≤20	≤12	8~11
26	滚筒烘干	62-68 褐煤、风化煤	≤8	14-16	8~11
27	滚筒烘干	≥65 风化煤	≤10	≤12	9.5-10.5
28	湿法自然干燥	40（大块状）	---	----	----
29	滚筒烘干	40.1 风化煤（大颗粒状）	8.1	8.2	9.8

从表 4 可知，采用喷雾干燥的只有来自两个企业的两个产品，还有两个企业的两个产品为自然干燥，其余 25 个产品均为滚筒干燥。收集的 29 份样品中有 3 份样品（14 号、28 号和 29 号），生产企业提供的可溶性腐植酸含量<55%，经检测，可溶性腐植酸、水不溶物等指标均不符合本标准的要求，故在以下的检测数据统计中剔除。

（1）技术指标的确定

1) 外观与性状

收集的样品大部分呈黑色的片状，也有颗粒和粉末。现有主要加工工艺为滚筒干燥、喷雾干燥和自然干燥等。因此，**本标准规定：黑色的片状或颗粒或粉末，无结块，无异嗅。**

2) 制备样品粒度的确认

2020 年 6 月 3 日预审会专家组建议：确认制备样品的粒度。《腐植酸钠》（HG/T 3278-2018）中规定为将样品研磨（粉碎）至全部过 0.2mm 孔径试验筛。本标准也是按照该规定制备的样品，其中试验筛的图片见图 3。



图 3 制备样品用试验筛

3) 可溶性腐植酸

①关于碳系数

本标准的预审稿中，可溶性腐植酸的测定采用当时普遍认可的《农业用腐植酸钠》（HG/T 3278-2011）的差值-容量法。容量法检测时需要根据生产原料的不同，在结果计算时分别采用 3 个不同的碳系数，0.64、0.58 和 0.51。检测单位由于无法根据腐植酸钠样品判断其原料来源，只能根据生产企业自我声称的原料种类（标签、说明书或标准等）来确定碳系数，对检测结果影响比较大。例如，同一个样品在以碳系数分别为 0.64 和 0.51 时，计算出的含量差 1.25 倍。并且目前各个行业、不同省份对同一种碳原料使用的碳系数也不尽相同，致使同一样品因使用不同的碳系数，计算结果相差很大。

2019 年 3 月搜索到了《腐植酸钠》（HG/T 3278-2018）的标准文本后，和本标准起草人取得了联系，索取到了标准的编制说明。在充分了解最新文本的修改依据和《农业用腐植酸钠》（HG/T 3278-2011）检测方法存在的缺陷后，标准起草小组商议决定可溶性腐植酸含量的测定采用《腐植酸钠》（HG/T 3278-2018）中规定的重量法。其原理：

试样中的可溶性腐植酸在一定温度下用水提取，然后用盐酸溶液将提取液酸化至 pH 值为 1 后，用恒重的中速定量滤纸过滤，再用 pH 为 1 的盐酸溶液多次洗涤沉淀至滤液无色，将沉淀在干燥箱中干燥至恒重，减掉灰化后的灰分，即得可溶性腐植酸的含量。

使用容量法和重量法对 26 份样品的检测结果（以干基计），按照不同的碳系数进行计算，比对结果见图 4。

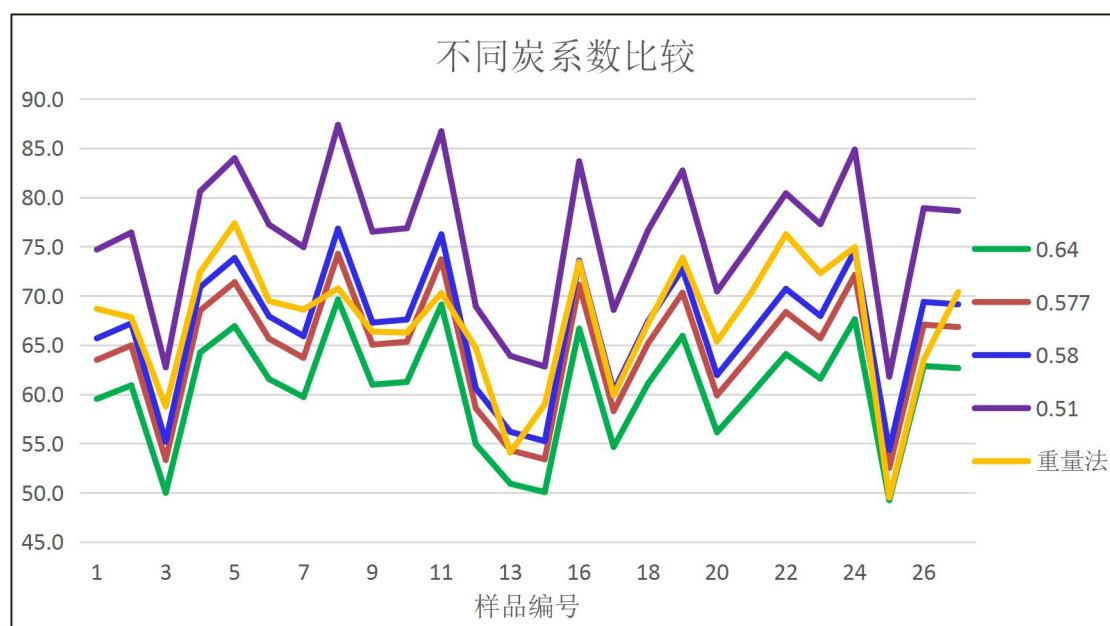


图 4 容量法不同碳系数与重量法结果比较

图 4 的结果表明，采用 HG/T 3278-2018 中的重量法，其检测结果和碳系数 0.64、0.58 和 0.51 的平均值 0.577 的检测结果基本一致。

同一样品重量法检测结果和按照不同碳系数和平均碳系数计算的结果比较见表 5。

表 5 26 个样品不同碳系数结果与重量法结果比较（干基计）

序号	分化煤系数 0.64	平均系数 0.577	褐煤系数 0.58	泥炭煤系数 0.51	重量法%	水分
1	59.5	63.5	65.7	74.7	65.6	16.0
2	60.9	65.0	67.2	76.4	67.5	12.4
3	50.0	53.3	55.2	62.7	57.4	14.0
4	64.2	68.5	70.9	80.6	72.3	12.2
5	66.9	71.4	73.8	84.0	77.4	7.2

6	61.5	65.6	67.9	77.2	64.7	18.1
7	59.7	63.7	65.9	74.9	65.8	15.6
8	69.6	74.3	76.8	87.4	62.7	22.0
9	61.0	65.0	67.3	76.5	63.5	15.7
10	61.3	65.3	67.6	76.9	64.9	13.8
11	69.1	73.7	76.2	86.7	70.3	10.7
12	54.9	58.6	60.6	68.9	64.0	7.0
13	50.9	54.3	56.2	63.9	53.5	13.0
15	50.1	53.4	55.2	62.8	58.8	12.3
16	66.7	71.1	73.6	83.7	73.1	12.4
17	54.6	58.3	60.3	68.6	59.3	12.9
18	61.1	65.2	67.4	76.7	66.7	12.6
19	65.9	70.3	72.7	82.7	73.9	10.8
20	56.1	59.9	61.9	70.5	65.4	8.8
21	60.0	64.1	66.3	75.4	68.1	14.9
22	64.1	68.3	70.7	80.4	76.2	8.7
23	61.6	65.7	68.0	77.3	71.7	12.8
24	67.6	72.1	74.6	84.8	69.1	18.8
25	49.2	52.5	54.3	61.8	48.2	14.3
26	62.9	67.1	69.4	78.9	60.2	16.5
27	62.7	66.8	69.1	78.6	70.4	8.7
平均值	57.2	61.0	63.1	71.8	65.6	13.2

表 5 的结果表明，重量法的检测结果测得的可溶性腐植酸钠含量，更为准确和客观。

因此，本标准可溶性腐植酸含量的检测方法，采用《腐植酸钠》（HG/T 3278-2018）中的重量法。

②关于干基计

农业部第 2038 号文中规定腐植酸钠中可溶性腐植酸不低于 55%，没有注明以干基计，而《腐植酸钠》（HG/T 3278-2018）和腐植酸钠行业普遍采用干基计。根据 26 份样品的检测数据，以干基计和以风干计的结果比较见表 6（水分含量超过 12% 的样品，可溶性腐植酸含量以干基计时，水分均以 12% 折算）。

表 6 可溶性腐植酸风干计和干基计结果比较

样品编号	水分%	以风干计%	以干基计, %	差值%
1	16	57.7	65.6	7.9
2	12.4	59.4	67.5	8.1
3	14	50.5	57.4	6.9
4	12.2	63.6	72.3	8.7
5	7.2	71.8	77.4	5.6
6	18.1	56.9	64.7	7.8
7	15.6	57.9	65.8	7.9
8	22	55.2	62.7	7.5
9	15.7	55.9	63.5	7.6
10	13.8	57.1	64.9	7.8
11	10.7	62.8	70.3	7.5
12	7.0	60.2	64.0	3.8
13	13.0	47.1	53.5	6.4
15	12.3	51.7	58.8	7.1
16	12.4	64.3	73.1	8.8
17	12.9	52.2	59.3	7.1
18	12.6	58.7	66.7	8.0
19	10.8	65.9	73.9	8.0
20	8.8	59.6	65.4	5.8
21	14.9	59.9	68.1	8.2
22	8.7	69.6	76.2	6.6
23	12.8	63.1	71.7	8.6
24	18.8	60.8	69.1	8.3
25	14.3	42.4	48.2	5.8
26	16.5	53	60.2	7.2
27	8.7	64.3	70.4	6.1

由此可见，在风干基础上，水分含量越高，以干基计的可溶性腐植酸的含量越高。凡水分含量 12% 以上的产品，腐殖酸钠含量风干计 55% 以上的产品，折合成干基计后含量增幅都在 5% 以上，以干基计可以反映腐植酸钠产品的真实质量水平。结合目前《腐植酸钠》(HG/T 3278-2018)、饲料原料腐植酸钠行业以及饲料企业用户，均已接受可溶性腐植酸含量以干基计的惯例，本标准中可溶性腐植酸的指标也以干基计。

③关于产品分级

预审会议时专家组提出“将现技术指标中的产品分级改为按照干燥工艺分型，分为喷雾干燥型和滚筒干燥型，再根据实际检测数据确定是否需要分级”的意见。26份样品中，有2份样品为喷雾干燥的样品，其他22份为滚筒干燥、2份为自然晾干。目前2家采用喷雾干燥生产工艺的产品，可溶性腐植酸含量（9号和20号）与滚筒干燥和自然晾干的样品，没有特异性差异。所以，本标准中没有按照干燥工艺进行分级。

以干基计的26份样品可溶性腐植酸的检测结果见图5。

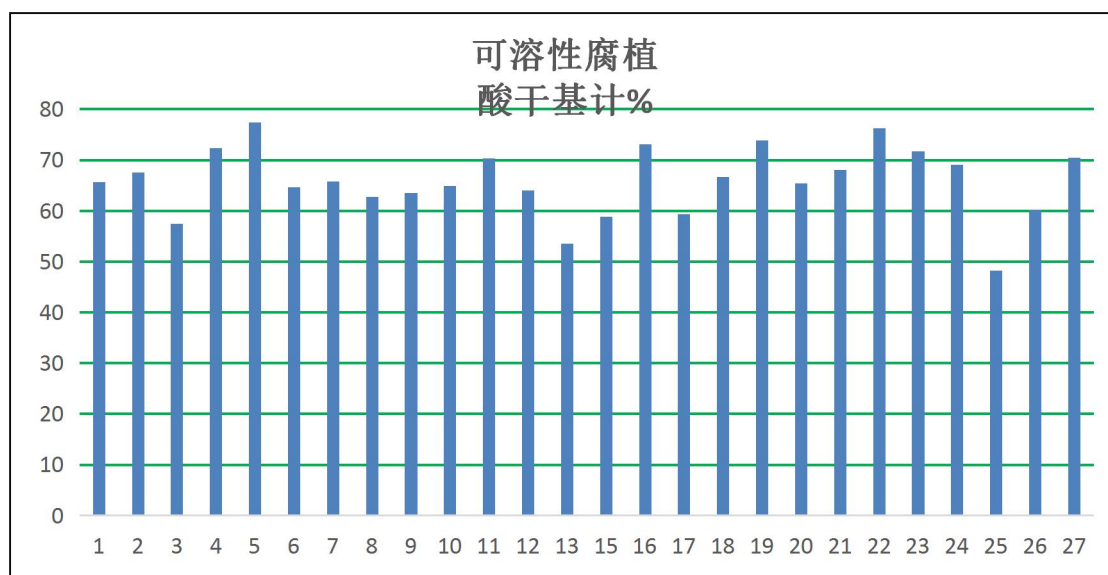


图5 26份样品可溶性腐植酸检测结果

经对检测结果统计分析，26份样品可溶性腐植酸含量（干基计） $\geq 70\%$ 的有8个，占30.1%。 $\geq 63\% \sim < 70\%$ 的有12个，占46.2%， $\geq 55\% \sim < 63\%$ 的有4个，占15.4%， $< 55\%$ 的2个，占7.7%。 $\geq 55\%$ 以上的产品占到92.3%。因此，本标准按照可溶性腐植酸含量（干基计）分为三级，即 $\geq 70\%$ 的为一级， $\geq 63\% \sim < 70\%$ 的为二级， $\geq 55\% \sim < 63\%$ 的为三级。

从市场上收集的70份样品检测结果（干基计）见图6。

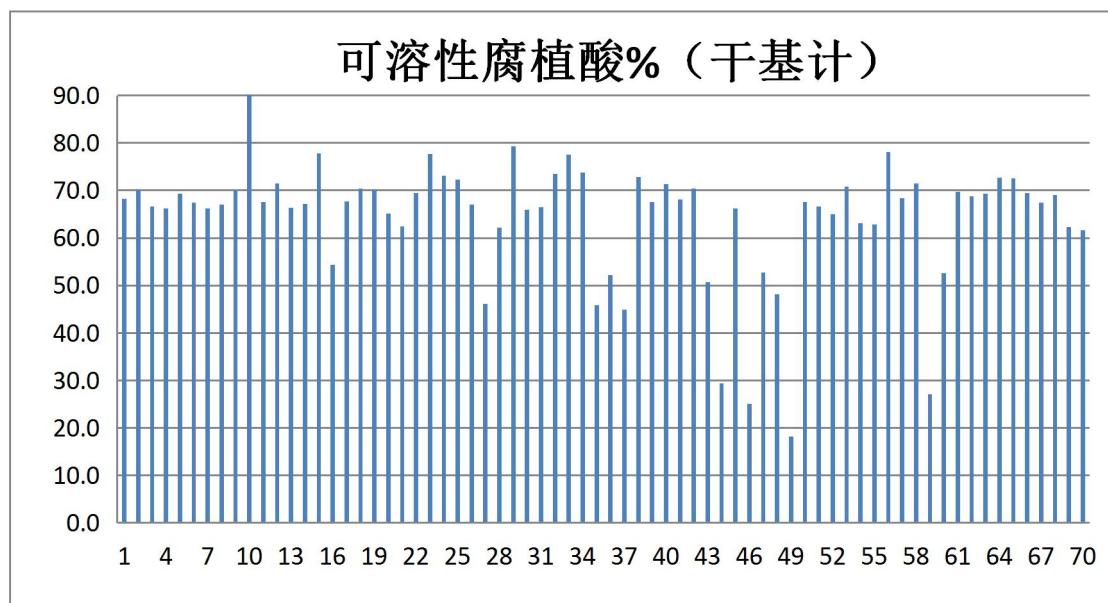


图 6 70 份样品可溶性腐植酸检测结果

70 个样品（其中有一部分样品为非饲料原料腐植酸钠），检验结果中可溶性腐植酸含量（干基计） $\geq 70\%$ 的 25 个，占 35.7%， $\geq 63\% \sim < 70\%$ 的 26 个，占 40%， $\geq 55\% \sim < 63\%$ 的 5 个，占 7.1%， $< 55\%$ 的 13 个，占 18.6%。比例基本和收集的 26 份样品一致，该结果也进一步验证了分级的合理性。

2020 年 6 月 3 日预审专家组提出“补充编制说明中可溶性腐植酸测定稳定性的相关数据”的建议，起草小组整理了 26 份样品可溶性腐植酸钠检测时 2 个平行样的检测结果和部分样品方法重复性结果，见表 7 和表 8。

表 7 可溶性腐植酸平行样检测结果

样品编号	结果 1, %	结果 2, %	平均值, %	绝对差值, %
1	67.1	64.1	65.6	3.0
2	68.3	66.6	67.5	1.7
3	57.8	56.9	57.4	0.9
4	73.2	71.4	72.3	1.8
5	76.7	78.1	77.4	1.4
6	65.6	63.8	64.7	1.8
7	66.1	65.5	65.8	0.6
8	63.4	61.9	62.7	1.5

9	63.9	63.0	63.5	0.9
10	65.9	63.7	64.8	2.2
11	69.2	71.4	70.3	2.2
12	63.1	65.0	64.1	1.9
13	53.8	53.2	53.5	0.6
15	58.4	59.2	58.8	0.8
16	73.9	72.2	73.1	1.7
17	58.4	60.2	59.3	1.8
18	67.3	65.9	66.6	1.4
19	74.8	72.9	73.9	1.9
20	67.1	69.1	68.1	2.0
21	68.9	67.2	68.1	1.7
22	76.4	76.0	76.2	0.4
23	70.9	72.5	71.7	1.6
24	70.2	68.0	69.1	2.2
25	48.6	47.8	48.2	0.8
26	60.8	59.4	60.1	1.4
27	69.8	70.9	70.4	1.1

表 8 部分样品重复性结果

日期及结果	水不溶物含量（干基计）（%）		
	2 号	4 号	11 号
6. 21	68.3	73.2	69.2
	66.6	71.4	71.2
6. 25	67.9	72.9	72.4
	66.4	71.8	69.8
6. 28	66.2	72.6	71.6
	67.5	73.9	72.9
平均值	67.2	72.6	71.2
最大值	68.3	73.9	72.9
最小值	66.2	71.4	71.2
极差	2.1	2.5	1.7
RSD %	1.3	1.3	2.0

由表 7 和表 8 的结果可见，按照《腐植酸钠》HG/T 3278-2018 中可溶性腐植酸钠的方法检测，26 份样品检测结果的绝对差值在含量>50%时，均小于等于 3.0%，符合《腐植酸钠》HG/T 3278-2018 中

有关误差的要求。在不同时间段检测同一个样品，其检测结果也符合检验方法的要求，故该标准直接引用《腐植酸钠》（HG/T 3278-2018）中可溶性腐植酸的方法。

4) 水不溶物

《农业用腐植酸钠》（HG/T 3278-2011）中水不溶物的检测方法为滤纸法。原理为试样用水溶解，经离心分离后干燥即得。26份样品水不溶物的检测结果见表9和图6（水分含量超过12%的样品，水不溶物含量以干基计时，水分均以12%折算）。

表9 水不溶物含量-滤纸法

样品编号	水不溶物（干基计），%
1	11.8
2	18.6
3	26.2
4	10.0
5	3.1
6	9.4
7	11.0
8	11.2
9	9.8
10	16.5
11	9.6
12	9.1
13	33.0
15	24.1
16	2.1
17	20.9
18	18.4
19	8.8
20	4.7
21	8.0
22	8.9
23	5.8
24	10.3
25	32.7
26	19.4
27	11.0

表 9 结果表明，腐植酸钠产品的水不溶物含量差异较大。

①关于尼龙布法

2018 年 11 月预审会议时专家组提出的修改意见：“建议水不溶物检测方法改为尼龙布的方法，补充试验数据；并以此给出具体技术指标”。标准起草小组取部分样品分别用孔径 6.5 μm 尼龙布（2000 目）和中速定量滤纸（孔径 30~50 μm ），按照《农业用腐植酸钠》（HG/T 3278-2011）测定水不溶物的含量，一个样品进行 3 个平行试验。

滤纸法和尼龙布法：平行做两份试验。称取试样 1.0 g（精确至 0.2 mg），放入 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 水，在沸水浴中加热 30 min，取出后冷却至室温。将试液及不溶物完全转入离心管中，转速 2000 r/min 离心 30min，倾析上层液得到水不溶物溶液。

将滤纸或尼龙布和称量瓶在 110 \pm 5 $^{\circ}\text{C}$ 干燥箱中烘干至恒重，质量为 m_3 。将水不溶物溶液用滤纸或尼龙布过滤。用水洗涤不溶物，洗涤至滤液无色时将不溶物与滤纸或尼龙布一同放入称量瓶中，在干燥箱中 110 \pm 5 $^{\circ}\text{C}$ 烘干 2h，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至室温，称量。再放入干燥箱中干燥，直至连续两次称量结果差值 \leq 0.001g，记录称量结果质量。

检测结果见表 10。

表 10 尼龙布法和滤纸法检测结果（风干计）

样品编号	水不溶物,% (尼龙布法)	水不溶物,% (滤纸法)	绝对差值
1	1.0	10.9	9.9
	1.0	10.8	9.8
	1.0	10.8	9.8
3	15.0	29.0	14.0
	12.0	29.1	17.1
	16.0	28.0	12.0
7	3.0	11.9	8.9
	3.0	12.9	9.9

	3.0	12.0	9.0
8	2.0	6.9	4.9
	3.0	8.9	5.9
	4.0	7.0	3.0
11	2.0	6.0	4.0
	3.0	7.9	4.9
	3.0	7.8	4.8
13	9.0	28.7	19.7
	9.0	24.5	15.5
	11.0	27.0	16.0
16	0.0	6.0	6.0
	0.0	5.9	5.9
	0.0	8.9	8.9
17	2.0	19.0	17.0
	0.0	17.0	17.0
	2.0	19.0	17.0
18	0.0	23.0	23.0
	1.0	23.0	22.0
	0.0	18.0	18.0
20	0.0	6.0	6.0
	0.0	4.0	4.0
	0.0	6.0	6.0
25	16.8	34.0	17.2
	15.8	33.0	17.2
	17.8	30.8	13.0
26	5.0	24.0	19.0
	5.0	25.2	20.2
	8.0	24.3	16.3

表 10 结果表明，无论是哪个样品，滤纸法的检测结果远高于尼龙布法的检测结果，尼龙布检测结果和滤纸法检测结果数值差别很大：对于同一个样品的 3 个平行样，两种检测方法绝对差值最大的 18 号样品相差 23%，滤纸法绝对差值最大的 18 号样品相差 5%，尼龙布法绝对差值最大的 3 号样品相差 4%。

鉴于饲料原料腐植酸钠和农业生物肥料腐植酸钠生产用原料和工艺基本相同，为了减少因检测方法不同而检测结果差异大的误会，因此起草小组确定在该标准中仍引用《腐植酸钠》（HG/T 3278-2018）水不溶物的检测方法-滤纸法。

②关于水不溶物方法优化

在 2020 年 6 月 3 日预审时，因水不溶物的方法绝对差值较大，专家组提出“进一步优化水不溶物的检测方法，根据检测结果确定分级指标”的意见。针对该意见，起草小组在 HG/T 3278-2018 水不溶物检测方法的基础之上进行了优化和试验摸索。

a) 将离心速度由 2000 r/min 改为 3000 r/min。这样和 HG/T 3278-2018 中可溶性腐殖酸前处理中的转速一致，将测定可溶性腐殖酸的前处理过程中的不溶物残渣进行水不溶物检测。

b) 在过滤时加入恒重的海砂。在水不溶物检测中，分析重复性不好的原因，主要是在过滤过程中，用水清洗时，每次水冲开覆盖于滤纸上的不溶物产生的絮状物的面积大小不一，导致通过滤纸的物质数量不同，平行样品结果差异较大。为了消除絮状物在清洗时产生的影响，过滤时选用中速定量滤纸（直径 15 mm）中加入恒重的海砂，一定程度的消除了絮状物的产生。针对海砂的粒度和用量，进行了试验比较。试验过程见表 11。

表 11 海砂粒度和用量的比较

海砂粒度(mm)	海砂用量(g)	试验过程现象（和不加海砂相比）	试验结果
0.3~0.5	5.0	海砂沉积面积太小，对絮状物产生影响小，过滤速度稍慢	超误差要求
	10.0	海砂沉积面积小，粒度小堵塞滤纸，过滤速度减慢，实验时间延长	平行性不理想
	20.0	海砂沉积面积大，堵塞滤纸，过滤速度太慢，实验时间延长	结果增高，平行性不理想
0.65~0.85	5.0	海砂沉积面积小，对絮状物产生影响小，过滤速度基本相同	平行性不理想
	10.0	沉积面积稍大，过滤速度较快，实验时间稍缩短	结果平行性较理想
	20.0	海砂沉积面积大，过滤速度减慢，实验时间延长	结果平行性较理想

c) 为了进一步考察清洗过程中每次清洗使用水的体积数、水的温度不同的影响，经过多次试验摸索，最终确定使用沸水、每次 50mL、需要 350mL 水清洗，滤液基本清洗至无色，并且平行样之间的绝对差

值能控制在 2%内。

因此水不溶物检测方法在 HG/T 3278-2018 中 5.5 的基础上，进行了一些改进，具体的检测方法为：

平行做两份试验。按照 HG/T 3278-2018 中 5.5 的规定执行。其中离心转速改为 3000 r/min；海砂（粒度 0.65 mm~0.85 mm，装于折好的定量滤纸上）、定量滤纸（d 15 mm 中速）和称量瓶同时恒重；改用 350 mL 沸水每次 50 mL 洗涤；水不溶物含量 \leq 20%时两次独立测定结果的绝对差值改为 \leq 2.0%。两份平行试验如遇过滤时间相差较长时，可以考虑重新称样检测。

通过以上的试验，两份平行样水不溶物的检测结果误差比 HG/T 3278-2018 中直接使用滤纸过滤和用常温水清洗的结果误差有了一定的改善。26 份样品检测结果和方法精密度的试验结果分别见表 12 和表 13。

表 12 26 份样品检验结果

样品编号	水不溶物，%（干基计）（加海砂）			绝对差值，%
	样品 1	样品 2	平均值	
1	16.1	15.3	15.7	0.8
2	14.4	13.4	13.9	1.0
3	20.7	19.0	19.8	1.7
4	8.4	6.6	7.5	1.8
5	3.9	2.5	3.2	1.4
6	7.3	6.4	6.8	0.9
7	8.5	6.5	7.5	2.0
8	6.1	4.2	5.2	1.9
9	8.6	7.6	8.1	1.0
10	13.5	13.8	13.6	0.2
11	7.7	6.9	7.3	0.8
12	8.8	8.0	8.4	0.9
13	24.9	25.7	25.3	0.8
15	20.0	21.3	20.6	1.3
16	2.0	1.7	1.9	0.3
17	19.5	20.7	20.1	1.1
18	13.0	14.8	13.9	1.8

19	6.7	7.4	7.1	0.7
20	11.5	11.3	11.4	0.2
21	6.7	8.6	7.7	1.9
22	9.1	7.7	8.4	1.4
23	7.4	9.5	8.5	2.2
24	11.4	12.0	11.7	0.7
25	29.4	30.8	30.1	1.4
26	21.7	20.3	21.0	1.4
27	12.4	11.5	11.9	0.9

表 13 方法精密度试验

样品编号	2	5	11	12
水不溶物%	13.1	3.6	6.9	8.2
	12.8	2.2	6.3	7.9
	12.1	3.4	5.9	7.1
	13.5	3.1	6.1	7.3
	12.2	2.6	5.8	7.9
	12.0	3.0	6.7	7.6
	11.7	3.3	7.7	8.9
极差	1.80	1.40	1.90	1.80
平均值, %	12.5	3.03	6.49	7.84

综合表 12 和表 13 的结果, 可见改进后的水不溶物检测方法有一定的改善, 但根据检测结果, 平行样检测绝对差值和《腐植酸钠》(HG/T 3278-2018) 中的规定 (水不溶物 $\leq 20\%$ 时, 绝对差值 $\leq 1.0\%$; $>20\%$ 时, 绝对差值 $\leq 2.0\%$) 不同, 统一规定为绝对差值 $\leq 2.0\%$ 。

③关于产品分级

从表 12 可知: 在 26 份样品中, 水不溶物 $\leq 15\%$ 的 19 个样品, 占 73.1%; 水不溶物 $>15\% \sim \leq 20\%$ 的 3 个样品, 占 11.5%; 水不溶物 $>20\% \sim \leq 25\%$ 的 2 个样品, 占 7.7%; 其余 2 个样品水不溶物含量 $>25\%$, 占 7.7%。

对市场上收集样品的水不溶物检测结果 (滤纸法) (干基计) 见图 7。

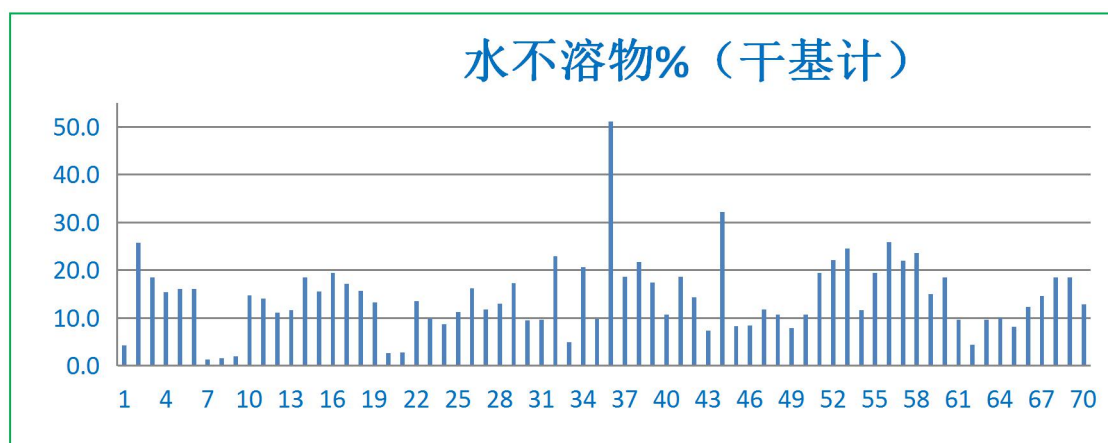


图7 70份样品水不溶物检测结果

图7结果表明，水不溶物含量为0~50%之间。70份市场收集样品中，水不溶物 $\leq 15\%$ 的41个，占58.6%；水不溶物 $>15\% \sim \leq 20\%$ 的18个样品，占25.7%；水不溶物 $>20\% \sim \leq 25\%$ 的7个样品，占10%；其余4个样品水不溶物含量 $>25\%$ ，占5.7%。70份样品中有部分非饲料原料腐植酸钠样品，但比例基本和26份样品一致。

样品中水不溶物含量的高低除受原料影响之外，主要取决于生产过程中对于水不溶物去除的工艺，对于生产企业基本不存在技术障碍，只是成本问题。因此，本标准中对水不溶物进行了分级限定：一级的水不溶物 $\leq 15\%$ ；二级的水不溶物 $>15\% \sim \leq 20\%$ ；三级的水不溶物 $>20\% \sim \leq 25\%$ 。

5) pH值

pH值对于饲料的酸度影响较大，同时过高的pH值会对饲料中酸化剂、酶制剂及微生态等产生不利影响。但考虑腐植酸不溶于酸和水，只能溶于碱的特性，结合市场上大部分厂家的生产工艺与条件，按照《腐植酸钠》(HG/T 3278-2018)对26份腐植酸钠样品的pH值(1%水溶液)进行了测定。检测结果见图8。

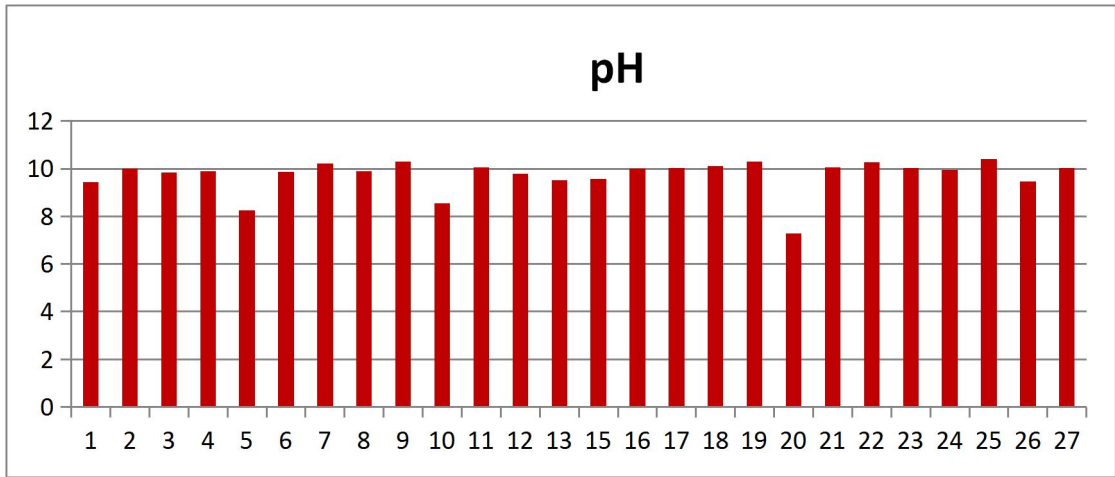


图 8 pH 测定结果

图 8 结果表明,26 个样品中 pH 值最低的为 7.29,最高的为 10.48,大部分 pH 值位于 8-10 之间。

综合图 8 的结果及和可溶性腐植酸含量的对应关系,也采纳了预审会议时专家组提出的修改意见:“建议 pH 指标不考虑分级或分型,只确定一个范围”。本标准确定 pH 值(1%水溶液)不再进行分级,在 7.0-11 之间即满足要求。

70 份市场收集样品的 pH 值检测结果范围为 7.3-12.1。结果见图 9。

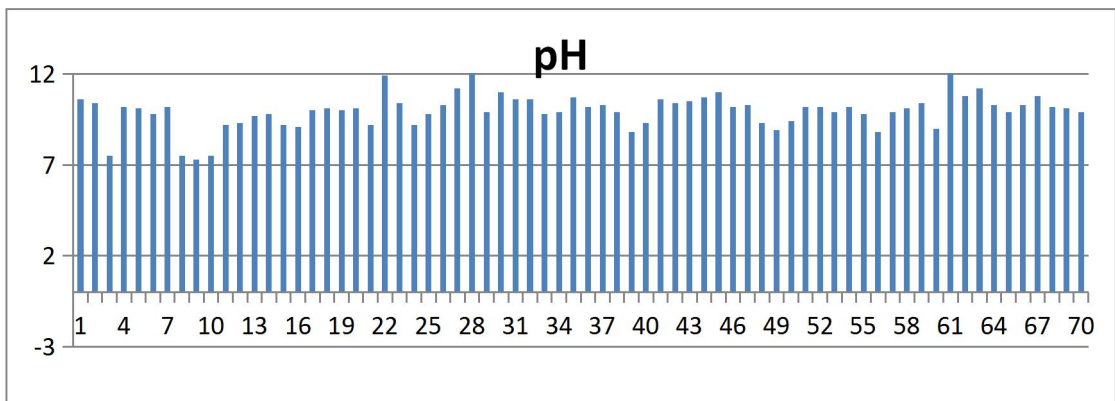


图 9 70 份样品 pH 结果

70 个样品 pH 超过 11 的有 3 个。

6) 水分

农业部第 2038 号文《饲料原料目录》中规定腐植酸钠的水分含

量 $\leq 12\%$ ，在调研和收集许可生产企业标准文本中可见有很大一部分企业规定水分 $\leq 15\%$ 。

按照《饲料中水分的测定》(GB/T6435-2014)，26份样品水分检测结果见图10。

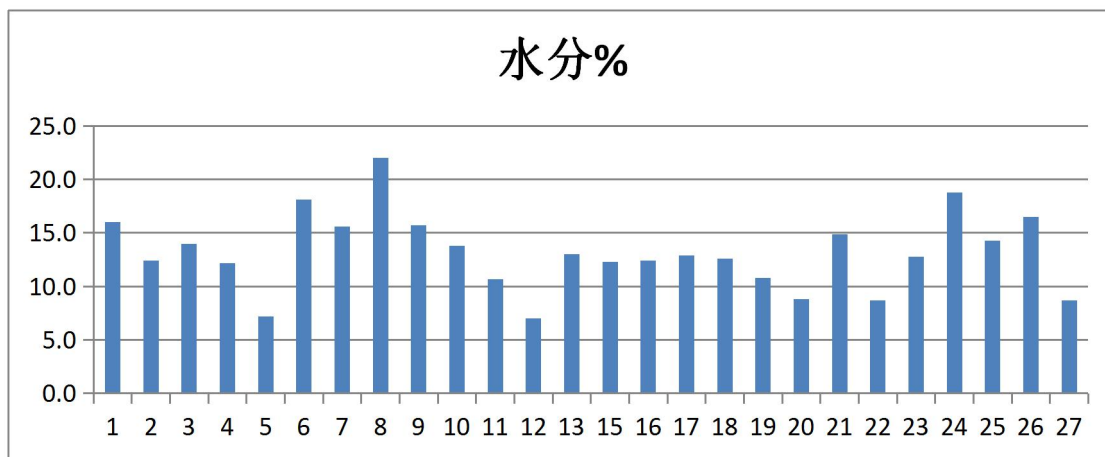


图 10 26 个样品水分检测结果

根据柱形图 10 可见腐植酸钠产品中的水分，数值差别很大。在实际生产中除自然干燥法之外，无论是滚筒干燥还是喷雾干燥，都可以将水分降低至原料目录中 $\leq 12\%$ 。虽然在冬季生产时车间内有大量水蒸气存在，导致干燥后的腐植酸钠重新吸水，也有样品在贮存过程中会有再吸水的特性的情况，但饲料原料目录中腐植酸钠强制性标识中规定水分 $\leq 12\%$ ，加之 2020 年 6 月预审会专家组一致的意见，故该标准中规定水分含量 $\leq 12\%$ 。收集的 26 份样品和 70 份市场样品(均不是原包装)的水分数据只作为参考，在实际以干基计计算时，水分结果 $>12\%$ 的样品，均按水分为 12%折算。

本标准中确定水分不再分级，均为 $\leq 12\%$ 。

市场收集样品的水分检测结果见图 11。

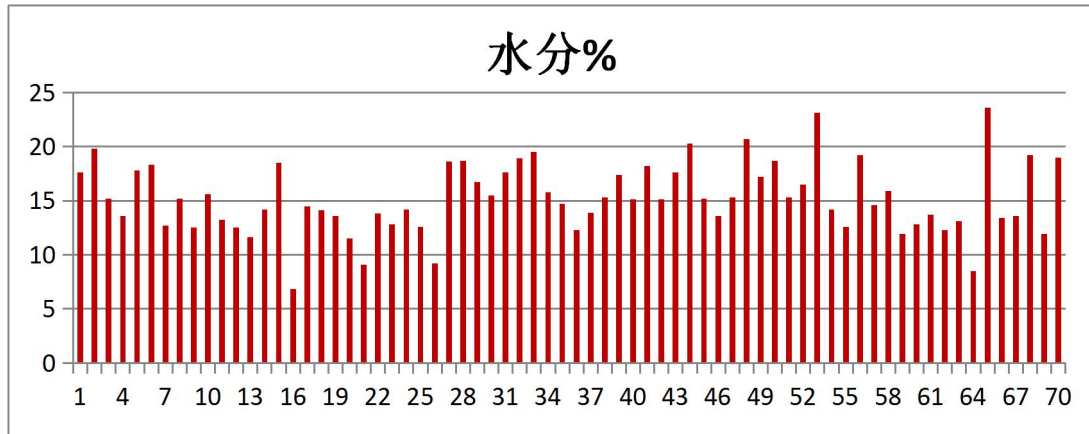


图 11 70 个市场收集样品水分结果

70 个市场收集样品中，由于打开原包装，产品具有易吸水的特性，水分检测结果只做参考。

7) 灼烧残渣

腐植酸钠中灼烧残渣主要为腐植酸中砂石及微量元素灼烧后形成的氧化物，矿区不同，腐植酸钠样品中灼烧残渣亦不相同。鉴于灼烧残渣系原料带入，生产实践中也很难控制。选取 15 份样品进行 550℃粗灰分和 800℃灼烧残渣，结果见表 14。

表 14 15 个样品 550℃粗灰分和 800℃灼烧残渣结果

样品编号	550℃灰分%	800℃灰分%
1	66	27.5
2	65.3	25.7
3	59.4	23.5
4	63	25.5
5	64.4	24.8
6	66.7	25.73
7	64	27
8	64	27.7
9	64.7	27
10	67.6	24
11	66.3	25
12	68.3	26.7
13	69.3	22.8
14	67.6	19.8
15	67	24

由表 14 可见，无论是粗灰分还是灼烧残渣，在数值上相差不大，

加之其含量高低与工艺等也没有必然的联系，因此，本标准未将灼烧残渣列入腐植酸钠的控制指标。

综上所述，本标准最终确定的腐植酸钠的技术指标见表 15。

表 15 腐植酸钠技术指标

项目	等级及指标		
	一级	二级	三级
可溶性腐植酸(以干基计)/% \geq	70	63	55
水不溶物(以干基计)/% \leq	15	20	25
水分/% \leq	12		
pH 值(1%水溶液)	7~11		

26 份样品的合格判定结果见表 16。

表 16 26 份样品的合格判定结果(不考虑水分结果)

样品编号	可溶性腐植酸 %, (干基计)	水不溶物含量 %, (干基计)	水分%	pH	判定
1	65.6	15.7	16.0	9.44	二级
2	67.5	13.9	12.4	9.99	二级
3	57.4	19.8	14.0	9.83	三级
4	72.3	7.5	12.2	9.89	一级
5	77.4	3.2	7.2	8.25	一级
6	64.7	6.8	18.1	9.86	二级
7	65.8	7.5	15.6	10.21	二级
8	62.7	5.2	22.0	9.89	二级
9	63.5	8.1	15.7	10.29	二级
10	64.9	13.6	13.8	8.54	二级
11	70.3	7.3	10.7	10.05	一级
12	64.7	8.4	7.0	9.78	二级
13	53.5	25.3	13.0	9.52	不合格
15	58.8	20.6	12.3	9.56	三级
16	73.1	1.9	12.4	10.01	一级
17	59.3	20.1	12.9	10.03	三级
18	66.7	13.9	12.6	10.11	二级
19	73.9	7.1	10.8	10.3	一级
20	65.4	11.4	8.8	7.29	二级
21	68.1	7.7	14.9	10.05	二级
22	76.2	8.4	8.7	10.28	一级
23	71.7	8.5	12.8	10.03	一级
24	69.1	11.7	18.8	9.95	二级
25	48.2	30.1	14.3	10.41	不合格

26	60.2	21.0	16.5	9.45	三级
27	70.4	11.9	8.7	10.04	一级

表 16 结果可见，其中符合一级品的样品有 8 个，占 30.8%；符合二级品的的样品有 12 个，占 46.2%；符合三级品的的样品有 4 个，占 15.4%；其余 2 个不合格样品中，可溶性腐殖酸和水不溶物均不合格，占 7.7%。

(2) 卫生指标的确定

按照《饲料卫生标准》(GB 13078-2017)中规定的指标和检测方法，对 26 份样品进行了铅、总砷、铬、镉、氟和汞的检测。选择腐殖酸钠主产区、有代表性的黑龙江、江西、山东、山西、湖南、甘肃和新疆的样品进行了六氯苯、多氯联苯 (PCB) 和亚硝酸盐的检测，检测结果见表 17。

表 17 腐植酸钠卫生指标检测汇总表

样品编号	铅 ≤15 mg/kg	砷 ≤10 mg/kg	汞 ≤0.1 mg/kg	铬 ≤5 mg/kg	镉 ≤2 mg/kg	氟 ≤ 400mg/kg	六氯苯 ≤ 0.01mg/kg	多氯联苯 (PCB)≤ 10ug/kg	亚硝酸盐(以 NaNO ₂ 计) ≤15mg/kg
1	2.1	未检出	0.02	2.7	0.7	301	-	-	-
2	7.4	未检出	0.04	4.9	0.7	137	-	-	-
3	8.4	2.93	未检出	4.3	0.8	208	未检出	未检出	未检出
4	0.3	未检出	0.05	0.7	0.7	211	-	-	-
5	1.4	未检出	0.03	0.3	1.1	306	-	-	-
6	5.1	4.02	0.04	2.0	0.8	287	-	-	-
7	1.5	0.93	0.04	4.8	0.7	239	-	-	-
8	0.0	3.84	0.07	0.6	0.6	312	未检出	未检出	未检出
9	3.8	0.57	未检出	4.1	1.4	298	-	-	-
10	3.1	4.39	0.06	4.8	0.8	189	-	-	-
11	0.6	6.94	0.07	0.5	0.7	182	未检出	未检出	未检出
12	0.5	0.02	未检出	2.9	0.6	206	未检出	未检出	未检出
13	4.4	6.22	0.08	6.1	1.6	406	-	-	-
15	1.0	3.48	未检出	0.7	1.2	108	未检出	未检出	未检出
16	0.5	4.57	0.05	未检出	1.1	112	-	-	-
17	2.5	1.84	未检出	0.9	0.7	167	-	-	-
18	1.1	7.12	0.07	2.3	0.8	341	-	-	-
19	5.1	0.75	0.06	2.0	1.0	206	-	-	-
20	11.8	5.30	未检出	4.6	1.5	258	未检出	未检出	未检出
21	0.3	3.84	0.07	2.6	0.8	69.7	未检出	未检出	未检出

22	0.0	3.11	0.06	0.9	0.9	89.8	-	-	-
23	2.0	2.02	0.05	3.2	1.0	182	-	-	-
24	1.2	1.66	未检出	4.8	0.7	264	-	-	-
25	0.1	4.93	0.05	未检出	0.7	348	-	-	-
26	4.4	3.30	未检出	2.6	0.7	254	-	-	-
27	0.8	8.48	0.04	未检出	0.1	112	-	-	-

饲料原料目录中腐植酸钠归属于 11 矿物质类，GB 13078 中卫生指标规定矿物质原料的相应指标为：总砷 ≤ 10 mg/kg；铅 ≤ 15 mg/kg；铬 ≤ 5 mg/kg；镉 ≤ 2 mg/kg；氟 ≤ 400 mg/kg；汞 ≤ 0.1 mg/kg。表 17 的检测结果表明，除铅、铬和氟的极个别样品外，各种指标基本符合要求。

(3) 产品保质期的确定

在前期的调研中，生产企业定的腐植酸钠产品的保质期为 12 个月、24 个月、36 个月不等。结合腐植酸钠理化性质中对氧、热和光稳定的性质，根据产品留样的实际检测结果，确定在符合规定的运输和贮存条件下，原包装中腐植酸钠产品的保质期为 24 个月。3 个批次样品的 2 年保存期检测结果见表 18。

表 18 腐植酸钠保质期检测数据

名称、批号	检测日期	检测结果，%	保留率，%
腐植酸钠 14110301	14110501	63.12	100.00
	14120501	63.12	100.00
	15010501	63.15	100.05
	15020601	63.03	99.86
	15030501	63.11	99.98
	15040701	63.10	99.97
	15050501	63.09	99.95
	15060501	63.08	99.94
	15070501	63.03	99.86
	15080601	63.10	99.97
	15090501	63.07	99.92
	15100801	63.10	99.97
15110501	63.05	99.89	

	15120501	62.99	99.79
	16010501	63.00	99.81
	16020601	62.98	99.78
	16030501	62.99	99.79
	16040301	62.97	99.76
	16050501	62.99	99.79
	16060501	62.98	99.78
	16070501	62.96	99.75
	16080501	62.99	99.79
	16090501	62.97	99.76
	16100501	62.96	99.75
	16110501	62.99	99.79
名称、批号	检测日期	检测结果, %	保留率, %
腐植酸钠 14110401	14110501	61.67	100.00
	14120501	61.68	100.02
	15010501	61.69	100.03
	15020601	61.65	99.97
	15030501	61.65	99.97
	15040701	61.66	99.98
	15050501	61.64	99.95
	15060501	61.65	99.97
	15070501	61.66	99.98
	15080601	61.64	99.95
	15090501	61.62	99.92
	15100801	61.65	99.97
	15110501	61.63	99.94
	15120501	61.61	99.90
	16010501	61.62	99.92
	16020601	61.61	99.90
	16030501	61.60	99.89
	16040301	61.62	99.92
	16050501	61.6	99.89
	16060501	61.59	99.87
	16070501	61.60	99.89
16080501	61.59	99.87	
16090501	61.58	99.85	
16100501	61.59	99.87	
16110501	61.57	99.84	
名称、批号	检测日期	检测结果, %	保留率, %
腐植酸钠 14110501	14110501	62.88	100.00
	14120501	62.90	100.03
	15010501	62.88	100.00
	15020601	62.89	100.01

	15030501	62.87	99.98
	15040701	62.87	99.98
	15050501	62.86	99.97
	15060501	62.85	99.95
	15070501	62.84	99.94
	15080601	62.83	99.92
	15090501	62.82	99.90
	15100801	62.82	99.90
	15110501	62.82	99.90
	15120501	62.80	99.87
	16010501	62.78	99.84
	16020601	62.79	99.86
	16030501	62.78	99.84
	16040301	62.76	99.81
	16050501	62.75	99.79
	16060501	62.73	99.76
	16070501	62.74	99.78
	16080501	62.73	99.76
	16090501	62.72	99.75
	16100501	62.72	99.75
	16110501	62.72	99.75

四、采用国际标准

腐植酸钠在美国、欧盟及日本等国家主要用于肥料、化工领域，但在饲料行业未查阅到相关资料，亦无相应标准可供参考。因此，在本标准中主要技术指标参照国内肥料用腐植酸钠，并根据畜禽特性和饲料生产的实际进行制定。

五、与现行法律法规和强制性标准的关系

2013年12月19日起施行的《饲料原料目录》（农业部第2038号公告）规定腐植酸钠为泥炭、褐煤或风化煤粉碎后，与氢氧化钠溶液充分反应得到的上清液经浓缩、干燥得到的产品，或通过制粒等工艺进一步精制得到的产品，其中可溶性腐植酸不低于55%，水分不高于12%。本标准中与其保持一致。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在编制过程中没有重大分歧意见。

七、标准作为强制性或推荐性标准的意见

本标准作为饲料原料标准，涉及有关食品安全、保护人体健康和环境质量要求等。鉴于生产饲料原料腐植酸钠的原料为天然的泥炭、褐煤或风化煤粉碎后，与氢氧化钠溶液反应得到的上清液经浓缩、干燥得到的产品，为简单的酸碱一步合成，由原料和合成过程带入的污染物或危害较少，且在饲料中的用量为 0.5%至 2%，对畜禽动物、畜禽产品、人身健康和生态环境不构成重大危害，建议将本标准作为推荐性标准颁布实施。

八、贯彻标准的要求和措施建议

1. 在目前各级政府非常重视饲料安全的前提下，在各级政府部门的安全抽查、检查中应积极利用和创造各种渠道宣贯本标准。
2. 举办质量监督、检验、科研、生产等相关人员参加的标准宣贯培训班。

九、废止现行有关标准的建议

本标准发布实施后，涉及饲料及畜禽养殖过程中的腐植酸钠应以本标准为依据。而现行行业标准 MT/T 745-1997《饲料添加剂用腐植酸钠技术条件》不应再作为饲料原料腐植酸钠的执行标准。

十、其他应予说明的事项

无

十一、参考文献

- 1、《饲料原料目录》（农业部第 2038 号公告）。
- 2、《腐植酸钠》 ZB G 21005-87.
- 3、《饲料添加剂用腐植酸钠技术条件》 MT/T 745-1997.

- 4、《腐植酸钠》 HG/T 3278-1987.
- 5、《农业用腐植酸钠》 HG/T 3278-2011.
- 6、《煤中腐殖酸产率测定方法》 GB/T 11957-2001.
- 7、《腐殖酸铵肥料分析方法》 HG/T 3276-1999
- 8、《铅酸蓄电池用腐殖酸》 HG/T 3589-1999.
- 9、《含腐殖酸水溶肥料》 NY/T 1106-2006.
- 10、《钻井液用磺化褐煤》 SY/T 5092-2002.
- 11、《饲料卫生标准》 GB 13078-2017.
- 12、《腐植酸钠》 HG/T 3278-2018.