

ICS 65.080
G 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 20784—2006

农业用硝酸钾

Potassium nitrate for agricultural use

2006-12-29 发布

2007-06-01 实施

数码防伪

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

GB/T 20784—2006

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本标准起草单位：国家化肥质量监督检验中心(上海)、浙江联大化工有限公司、文通钾盐集团有限公司、云南沃特威化工股份有限公司、昆明青上化工有限公司。

本标准主要起草人：于松涛、余荣华、梁永祥、田鸿艳、吴伟声、刘志云、郑晗。

本标准为首次制定。

农业用硝酸钾

1 范围

本标准规定了农业用硝酸钾的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输及贮存。
本标准适用于各种工艺生产的固体农业用硝酸钾产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2441.1 尿素测定方法 总氮含量的测定

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB 8569 固体化学肥料包装

GB 18382 肥料标识 内容和要求(GB 18382—2001, neq ISO 7409:1984)

HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

国家质量技术监督局 1999 年第 4 号令《产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法》

3 要求

3.1 外观:白色或浅色的结晶粉末。

3.2 农业用硝酸钾产品应符合表 1 要求。

表 1 农业用硝酸钾的要求 %

项 目		优 等 品	一 等 品	合 格 品
氧化钾(K ₂ O)的质量分数	≥	46.0	44.5	44.0
总氮(N)的质量分数	≥	13.5		
氯离子(Cl ⁻)的质量分数	≤	0.2	1.2	1.5
游离水(H ₂ O)的质量分数	≤	0.5	1.2	2.0

4 试验方法

本标准中所用试剂、水和溶液的配制,在未注明规格和配制方法时,均应按 HG/T 2843 的规定。

4.1 外观

目视法测定。

4.2 氧化钾含量的测定 四苯硼钾重量法

4.2.1 原理

在碱性条件下加热消除试样溶液中铵离子的干扰,加入乙二醇四乙酸二钠以掩蔽其他微量阳离子,钾与四苯硼酸钠反应生成四苯硼酸钾沉淀,过滤、干燥后称重。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 氢氧化钠溶液:200 g/L;

GB/T 20784—2006

- 4.2.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:40 g/L;
 4.2.2.3 四苯硼钠溶液:15 g/L;
 4.2.2.4 四苯硼钠洗涤液:1.5 g/L;
 4.2.2.5 酚酞:5 g/L乙醇溶液,溶解0.5 g酚酞于100 mL的“95%乙醇”中。

4.2.3 仪器

- 4.2.3.1 通常实验室用仪器;
 4.2.3.2 玻璃坩埚式滤器:4号,30 mL;
 4.2.3.3 干燥箱:能控制温度 $120^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 试样溶液的制备

称取试样约1.8 g(精确至0.000 2 g),置于250 mL三角瓶中,加100 mL水,插上梨形漏斗。在电热板或电炉上缓缓煮沸15 min,稍加冷却,转移到250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度。干过滤,弃去最初几毫升滤液,保留滤液为试液A供测定氧化钾含量用。

4.2.4.2 测定

准确吸取10.0 mL试液A到200 mL烧杯中,用水稀释至约50 mL,加10 mL EDTA溶液和5滴酚酞指示剂,逐滴加入氢氧化钠溶液至红色出现并过量1 mL。加热煮沸15 min,使溶液始终保持红色。冷却至室温后,在不断搅拌下,缓慢滴加四苯硼钠溶液25 mL,继续搅拌1 min,静置15 min。

通过预先在 $120^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 下干燥恒重的坩埚式滤器过滤烧杯上面的清液,以四苯硼钠洗涤液用倾泻法反复洗涤沉淀5~7次,每次约用洗涤液5 mL,直至将全部沉淀转移到坩埚式滤器中,用少量洗涤液洗涤烧杯,最后用水洗涤烧杯两次,每次用水约5 mL。

将盛有沉淀的坩埚式滤器置入 $120^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中,待温度达到后干燥1.5 h,然后放在干燥器内冷却至室温,称重。

4.2.4.3 空白试验

除不加试样外,与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤进行平行测定。

4.2.5 分析结果的表述

氧化钾含量以氧化钾(K_2O)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1314 \times 250}{m_0 \times 10} \times 100$$

$$= \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 328.5 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——试样测定所得四苯硼酸钾沉淀质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——空白试验所得四苯硼酸钾沉淀质量的数值,单位为克(g);

0.1314——四苯硼酸钾换算为氧化钾质量的系数的数值;

m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.2.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.40%,不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.80%。

4.3 总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

4.3.1 原理

在碱性介质中用定氮合金将硝酸根还原,直接蒸馏出氨,将氨吸收在过量硫酸溶液中,在甲基红-亚甲基蓝混合指示液存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

4.3.2 试剂

- 4.3.2.1 定氮合金(Cu:50%、Al:45%、Zn:5%);细度不大于 0.85 mm;
- 4.3.2.2 分析纯硝酸钾;使用时于 100℃下干燥至恒重;
- 4.3.2.3 氢氧化钠溶液:400 g/L;
- 4.3.2.4 硫酸溶液: $c(1/2H_2SO_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ 或 $c(1/2H_2SO_4) = 1 \text{ mol/L}$;
- 4.3.2.5 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(NaOH) = 0.5 \text{ mol/L}$;
- 4.3.2.6 甲基红-亚甲基蓝混合指示液;
- 4.3.2.7 广泛 pH 试纸;
- 4.3.2.8 硅脂。

4.3.3 仪器

- 4.3.3.1 通常实验室用仪器;
- 4.3.3.2 蒸馏仪器:按 GB/T 2441.1 配备或其他具有相同蒸馏能力的定氮蒸馏仪;
- 4.3.3.3 蒸馏加热装置:1 000 W~1 500 W 电炉,置于升降台架上,可自由调节高度。也可使用调温电炉或能够调节供热强度的其他形式热源;
- 4.3.3.4 防暴沸颗粒或防暴沸装置:后者由一根长约 100 mm,直径约 5 mm 玻璃棒连接在一根长约 25 mm 聚乙烯管上。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 称样

称取试样约 1.0 g(精确至 0.000 2 g)于蒸馏烧瓶中。

4.3.4.2 试样处理与蒸馏

于蒸馏烧瓶中加入 300 mL 水,摇动使试料溶解,加入定氮合金 3 g~4 g 和防暴沸物,将蒸馏烧瓶连接于蒸馏装置上。接受器中准确加入 40.0 mL 硫酸溶液 [$c(1/2H_2SO_4) = 0.5 \text{ mol/L}$] 或 20.0 mL 硫酸溶液 [$c(1/2H_2SO_4) = 1 \text{ mol/L}$], 4~5 滴混合指示液,并加适量水以保证封闭气体出口,将接受器连接在蒸馏装置上。蒸馏装置的磨口连接处应涂硅脂密封。

通过蒸馏装置的分液漏斗加入 20 mL 氢氧化钠溶液,在溶液将流尽时加入 20 mL~30 mL 水冲洗漏斗,剩 3 mL~5 mL 水时关闭活塞。静置 10 min 后,开通冷却水,同时开启加热装置,沸腾时根据泡沫产生程度调节供热强度,避免泡沫溢出或液滴带出。蒸馏出至少 150 mL 馏出液后,用 pH 试纸检查冷凝出口的液滴,如无碱性结束蒸馏。

4.3.4.3 滴定

用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定过量硫酸至混合指示液呈现灰绿色为终点。

4.3.4.4 空白试验

除不加试样外,与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤进行平行测定。

4.3.4.5 核对试验

定期使用新制备的含 100 mg 氮的分析纯硝酸钾,按测试试料的相同条件进行。

4.3.5 分析结果的表述

总氮含量以氮(N)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c_1(V_2 - V_1) \times 14.01}{m_3 \times 1000} \times 100$$

$$= \frac{c_1(V_2 - V_1)}{m_3} \times 1.401 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c_1 ——测定及空白试验时,所消耗氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——空白试验时,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);

GB/T 20784—2006

V_1 ——测定时,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);

14.01——氮的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

m_3 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.3.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.30%,不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.50%。

4.4 氯离子含量的测定 佛尔哈德法

4.4.1 原理

试料在微酸性溶液中,加入过量的硝酸银溶液,使氯离子转化成为氯化银沉淀,用邻苯二甲酸二丁酯包裹沉淀,以硫酸铁铵为指示剂,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定剩余的硝酸银。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 邻苯二甲酸二丁酯;

4.4.2.2 硝酸溶液:1+1;

4.4.2.3 硝酸银溶液[$c(\text{AgNO}_3)=0.05 \text{ mol/L}$]:称取8.7 g硝酸银,溶解于水中,稀释至1 000 mL,储存于棕色瓶中;

4.4.2.4 氯标准溶液(1 mg/mL):准确称取1.648 7 g经270℃~300℃烘干至恒重的基准氯化钠于烧杯中,用水溶解后,移入1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度,混匀,储存于塑料瓶中。此溶液1 mL含1 mg氯离子;

4.4.2.5 硫酸铁铵指示液(80 g/L):溶解8.0 g硫酸铁铵于75 mL水中,过滤,加几滴硫酸,使棕色消失,稀释至100 mL;

4.4.2.6 硫氰酸铵标准滴定溶液[$c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.05 \text{ mol/L}$]:称取3.8 g硫氰酸铵溶解于水中,稀释至1 000 mL;

标定方法如下:准确吸取25.0 mL氯标准溶液于250 mL锥形瓶中,加入5 mL硝酸溶液和25.0 mL硝酸银溶液,摇动至沉淀分层,加入5 mL邻苯二甲酸二丁酯,摇动片刻。加入水,使溶液总体积约为100 mL,加入2 mL硫酸铁铵指示液,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定剩余的硝酸银,至出现浅橙红色或浅砖红色为终点。同时进行空白试验。

硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度 c_2 (mol/L)按式(3)计算:

$$c_2 = \frac{m_4}{(V_4 - V_3) \times 35.45} \times 1\,000$$

$$= \frac{m_4}{V_4 - V_3} \times 28.21 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_4 ——所取氯标准溶液中氯离子的质量的数值,单位为克(g);

V_4 ——空白试验(25.0 mL硝酸银溶液)所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_3 ——滴定剩余的硝酸银所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

35.45——氯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.4.3 分析步骤

4.4.3.1 试样溶液的制备

称取试样约5.0 g(精确至0.000 2 g),置于250 mL烧杯中,加100 mL水,缓慢加热至沸腾,继续煮沸10 min,冷却至室温,溶液转移到250 mL容量瓶中,稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初几毫升滤液,保留滤液为试液B供测定氯含量用。

4.4.3.2 测定

准确吸取 25.0 mL 的试液 B 于 250 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液,加入 25.0 mL 硝酸银溶液,摇动至沉淀分层,加入 5 mL 邻苯二甲酸二丁酯,摇动片刻。

加入水,使溶液总体积约为 100 mL,加入 2 mL 硫酸铁铵指示液,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定剩余的硝酸银,至出现浅橙红色或浅砖红色为终点。

4.4.3.3 空白试验

除不加试样外,与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤进行平行测定。

4.4.4 分析结果的表述

氯离子含量以氯离子(Cl^-)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{c_2(V_4 - V_5) \times 35.45 \times 250}{m_5 \times 25 \times 1000} \times 100$$

$$= \frac{c_2(V_4 - V_5)}{m_5} \times 35.45 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

c_2 ——硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_4 ——空白试验(25.0 mL 硝酸银溶液)所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_5 ——滴定试液时所消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

35.45——氯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

m_5 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

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

平行测定结果的绝对差值不大于 0.15%,不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

4.5 游离水测定 重量法

4.5.1 原理

在一定温度下,试料在恒温干燥箱内干燥,减少的质量即为游离水的质量。

4.5.2 仪器

4.5.2.1 通常实验室用仪器;

4.5.2.2 称量瓶:直径 50 mm,高 30 mm,有磨口玻璃盖;

4.5.2.3 恒温干燥箱:能控制温度 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

4.5.3 分析步骤

称取试样约 5.0 g(精确至 0.000 2 g),置于预先在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重的称量瓶中,瓶盖倾斜放置,置于恒温干燥箱中与温度计水银球同一水平面位置处,在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥 2 h,取出称量瓶,盖紧瓶盖,置于干燥器内冷却至室温,称重。

4.5.4 分析结果的表述

游离水以水(H_2O)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_6 - m_7}{m_8} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_6 ——称量瓶及试料在干燥前质量的数值,单位为克(g);

m_7 ——称量瓶及试料在干燥后质量的数值,单位为克(g);

m_8 ——试料干燥前质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

GB/T 20784—2006

4.5.5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.10%，不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

5 检验规则

5.1 本标准中产品质量指标合格判定，采用 GB/T 1250 中“修约值比较法”。

5.2 产品应由生产企业质量监督部门进行检验，生产企业应保证所有出厂的产品均应符合本标准的要求。每批出厂的产品应附有质量证明书，其内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、产品等级、批号或生产日期、产品净含量、氧化钾含量、总氮含量、产品质量和本标准编号。

5.3 使用单位有权按本标准规定的检验规则和检验方法对所收到的产品进行检验，核验其质量指标是否符合本标准要求。

5.4 如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时，应重新自二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，整批产品不能验收。

5.5 产品按批检验，以一天或两天的产量为一批，最大批量为 500 t。

5.6 袋装产品，不超过 512 袋时，按表 2 确定取样袋数；大于 512 袋时，按式(6)计算结果确定取样袋数，如遇小数，则进为整数。

表 2 取样袋数的确定

总袋数	最少取样袋数	总袋数	最少取样袋数
1~10	全部	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中：

n ——采样袋数；

N ——每批产品总袋数。

按表 2 或式(6)计算结果，随机抽取一定袋数，用取样器沿每袋最长对角线插入至袋的 3/4 处，取出不少于 100 g 样品，每批采取总样品量不少于 2 kg。

5.7 散装产品采样，按 GB/T 6679 规定进行。

5.8 样品缩分：将采取的样品迅速混匀，用缩分器或四分法将样品缩分至约 500 g，再次缩分，将所得两份样品分装于两个洁净、干燥的 250 mL 具有磨口塞的广口瓶或聚乙烯瓶中，密封、贴上标签，注明生产企业名称、产品名称、批号或生产日期、取样日期、取样人姓名，一瓶作产品质量分析，一瓶保存二个月，以备查用。

5.9 试样制备：取 5.8 中一瓶缩分样品，经多次缩分至约 100 g，迅速研磨至全部通过 0.5 mm 孔径筛，混合均匀，置于洁净、干燥瓶中，作成分分析用。

5.10 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时，应按《产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法》有关规定进行。

6 标识

产品包装袋上应标明氧化钾含量、总氮含量、产品等级和 GB 190—1990 中标志 11“氧化剂”，其余应符合 GB 18382 的规定。

7 包装、运输和贮存

7.1 产品用塑料编织袋内衬聚乙烯薄膜袋或涂膜聚丙烯编织袋包装，按 GB 8569 规定执行。产品每袋净含量 $50\text{ kg}\pm 0.5\text{ kg}$ 、 $40\text{ kg}\pm 0.4\text{ kg}$ 、 $25\text{ kg}\pm 0.25\text{ kg}$ 、 $10\text{ kg}\pm 0.1\text{ kg}$ ，每批产品平均每袋净含量相应不得低于 50.0 kg 、 40.0 kg 、 25.0 kg 、 10.0 kg 。

7.2 产品不得与有机物、还原剂及易燃品等物质混运混贮。

7.3 产品应贮存于阴凉干燥处，在运输过程中应防潮、防晒、防破损。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
农 业 用 硝 酸 钾

GB/T 20784—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

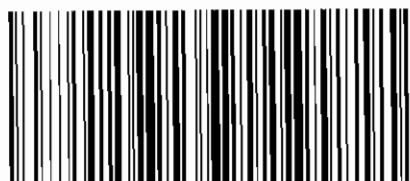
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2007年4月第一版 2007年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-29308 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 20784-2006