

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2598—94

钙 镁 磷 钾 肥

1994-09-05 发布

1995-07-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

钙 镁 磷 钾 肥

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钙镁磷钾肥的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于磷矿石、钾长石(或含钾矿石)与含镁、硅的矿石,在高炉或电炉中经高温熔融、水淬、干燥和磨细所制得的钙镁磷钾肥。钙镁磷钾肥系磷肥系列产品,其用途为农业上作肥料和土壤调理剂。

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB 6003 试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 8569 固体化学肥料包装

3 技术要求

3.1 外观:钙镁磷钾肥呈灰白色、灰绿色或灰黑色粉末。

3.2 钙镁磷钾肥应符合表1的要求:

表1 钙镁磷钾肥技术指标

项 目		指 标	
		一等品	合格品
总养分($P_2O_5+K_2O$)含量,%	\geq	15.0	13.0
有效钾(K_2O)含量,%	\geq	2.0	1.0
水分,%	\leq	0.5	0.5
细度:通过 250 μ m 标准筛,%	\geq	80	80

4 试验方法

分析中,除另有说明,均使用分析纯试剂,所使用的水应符合 GB/T 6682 中三级水规格。

4.1 有效五氧化二磷含量的测定、磷钼酸喹啉重量法

本方法等效采用国际标准 ISO 6598:1985《肥料——磷含量测定——磷钼酸喹啉重量法》。

本方法为测定有效五氧化二磷含量的仲裁法。

4.1.1 适用范围

本方法适用于测定五氧化二磷含量在 10~20mg 范围内的试液。

4.1.2 方法提要

含磷溶液中的正磷酸根离子,在酸性介质中和喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀、过滤、洗涤、干燥和称量所得沉淀。

4.1.3 试剂和材料

4.1.3.1 硝酸(GB/T 626),1+1 溶液。

4.1.3.2 柠檬酸(GB/T 9855)溶液,20g/L,pH 值约为 2.1,此溶液中加入 0.5g 水杨酸防腐剂,易于保存。

4.1.3.3 喹钼柠酮试剂:

溶液 A:溶解 70g 钼酸钠于盛有 100mL 水的 400mL 烧杯中。

溶液 B:溶解 60g 柠檬酸于盛有 100mL 水的 1 000mL 烧杯中,加 85mL 浓硝酸(GB/T 626)。

溶液 C:将溶液 A 加到溶液 B 中,混匀。

溶液 D:混合 35mL 浓硝酸和 100mL 水在 400mL 烧杯中,并加 5mL 喹啉。

将溶液 D 加入溶液 C 中,混匀,静置一夜,用滤纸或棉花过滤,滤液加入 280mL 丙酮(GB/T 686),用水稀释至 1 000mL,溶液贮存在聚乙烯瓶中,放于暗处,避光、避热。

4.1.4 仪器、设备

一般实验室玻璃仪器和:

- a. 玻璃坩埚式过滤器,4 号(微孔孔径 4~16 μ m),容积 30mL;
- b. 35~40r/min 上下旋转式振荡器或其他相同效果的水平往复振荡器;
- c. 电热恒温干燥箱,能维持温度(180 \pm 2) $^{\circ}$ C;
- d. 水浴。

4.1.5 分析步骤

4.1.5.1 试样溶液的制备

称取 1g 试样(精确至 0.001g),置于干燥的 250mL 锥形瓶或 250mL 容量瓶中,准确加入 150mL 预先加热至 28~30 $^{\circ}$ C 的柠檬酸溶液(4.1.3.2),塞紧瓶塞,保持溶液温度在 28~30 $^{\circ}$ C 之间,置于振荡器(4.1.4b)上振荡 1h。立即干过滤,弃去最初几毫升滤液。此为供磷含量测定用的试液。

4.1.5.2 测定

吸取一定量(含有 10~20mg 五氧化二磷)的试液(4.1.5.1)置于 500mL 烧杯中,加入 10mL 硝酸溶液(4.1.3.1),用水稀释至 100mL,预热近沸,加入 35mL 喹钼柠酮试剂,盖上表面皿,在电热板上微沸 1min 或者置于近沸水浴中保温至沉淀分层,取出烧杯冷却至室温,冷却过程中转动烧杯 3~4 次。

用预先在(180 \pm 2) $^{\circ}$ C 干燥至恒重的 4 号玻璃坩埚式过滤器过滤,先将上层清液滤完。然后用倾泻法洗涤沉淀 1~2 次(每次约用 25mL 水),将沉淀移入过滤器中,再用水继续洗涤,所用水共约 125~150mL。将带有沉淀的过滤器置于(180 \pm 2) $^{\circ}$ C 干燥箱内,待温度达到后干燥 45min,移入干燥器中冷却至室温、称量。

4.1.5.3 空白试验

在测定的同时,除不加试样外,按 4.1.5.1 和 4.1.5.2 条完全相同的分析步骤、试剂和用量进行操作。

4.1.6 分析结果的表述

有效五氧化二磷(P_2O_5)含量 X_1 ,以质量百分数(%)表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.03207}{m_0 \times \frac{V}{150}} \times 100$$

$$= \frac{(m_1 - m_2) \times 481.05}{m_0 \cdot V} \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀质量，g；
 m_2 ——空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀质量，g；
 m_0 ——试样质量，g；
 V ——所取试样溶液体积，mL；

0.032 07——磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数。

4.1.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

4.2 有效五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉容量法

4.2.1 适用范围

本方法适用范围同 4.1.1 条。

4.2.2 方法提要

按磷钼酸喹啉重量法所得黄色沉淀，洗去所吸附酸液后，溶解于过量的碱标准滴定溶液中，再以酸标准滴定溶液回滴。

4.2.3 试剂和材料

同 4.1.3 条试剂和：

4.2.3.1 氢氧化钠(GB/T 629)标准滴定溶液， $c(\text{NaOH})=0.5\text{mol/L}$

按 GB/T 601 中 4.1 条配制、标定和比较。

4.2.3.2 盐酸(GB/T 622)标准滴定溶液， $c(\text{HCl})=0.25\text{mol/L}$

量取 22mL 盐酸缓缓倒入预先加入约 500mL 水的 1000mL 容量瓶中，冷却，用水稀释至刻度，混匀。

按 GB/T 601 中 4.2.2 和 4.2.3 条标定和比较。

4.2.3.3 无二氧化碳的水

按 GB/T 603 中 4.1.1 条制备。

4.2.3.4 百里香酚蓝(HG/T 3—1223)：1g/L 乙醇溶液

溶解 0.1g 百里香酚蓝于 2.2mL $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$ 的氢氧化钠溶液中，用 60%(V/V)乙醇溶液稀释至 100mL。

4.2.3.5 酚酞(GB/T 10729)：1g/L 乙醇溶液

溶解 0.1g 酚酞于 60mL 乙醇(GB/T 678)中，稀释至 100mL。

4.2.3.6 混合指示剂

取 3 份体积百里香酚蓝溶液(4.2.3.4)和 2 份体积酚酞溶液(4.2.3.5)混合均匀。

4.2.4 仪器、设备

一般实验室玻璃仪器和

4.2.4.1 35~40r/min 上下旋转式振荡器或其他相同效果的水平往复式振荡器。

4.2.4.2 水浴。

4.2.5 分析步骤

按 4.1.5.1 条试样溶液的制备和 4.1.5.2 条测定进行至“……冷却过程转动烧杯 3~4 次”，以下操作按下述手续进行：

用中速滤纸或脱脂棉先将上层清液滤完，然后以倾泻法洗涤沉淀 3~4 次，每次约 25mL 水，将沉淀转移到过滤器上，继续用水洗涤至取滤液约 20mL，加一滴混合指示剂和 2~3 滴氢氧化钠溶液(4.2.3.1)，直至滤液所呈颜色与处理同体积的水所呈颜色相近为止。将沉淀连同滤纸或脱脂棉转到原烧杯中，加入氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.3.1)充分搅拌至沉淀溶解，再过量约 10mL。加 100mL 无二

氧化碳的水,搅匀沉淀,加 5 滴混合指示剂,用盐酸标准滴定溶液(4.2.3.2)滴定溶液由紫色经灰蓝色变为微黄色为终点。

同时作空白试验,除不加试样外,空白试验一切步骤均与 4.2.5 条相同。

4.2.6 分析结果的表述

有效五氧化二磷(P_2O_5)含量 X_2 ,以质量百分数(%)表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{[c_1(V_1 - V_3) - c_2(V_2 - V_4)] \times 0.002730}{m_0 \times \frac{V}{150}} \times 100$$

$$= \frac{[c_1(V_1 - V_3) - c_2(V_2 - V_4)] \times 40.95}{m_0 \cdot V} \dots\dots\dots (2)$$

式中: c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度, mol/L;
 c_2 ——盐酸标准滴定溶液浓度, mol/L;
 V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液体积, mL;
 V_2 ——盐酸标准滴定溶液体积, mL;
 V_3 ——空白试验氢氧化钠标准滴定溶液体积, mL;
 V_4 ——空白试验盐酸标准滴定溶液体积, mL;
 m_0 ——试样质量, g;
 V ——所取试样溶液体积, mL;

0.002730——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的五氧化二磷的质量。

4.2.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30%。

4.3 有效氧化钾含量的测定 四苯基合硼酸钾重量法

4.3.1 适用范围

本方法适用于测定氧化钾含量在 1%~4% 范围内的试样。

4.3.2 方法提要

用四苯基合硼酸钠溶液沉淀试液中的钾离子,所得沉淀经过滤、洗涤、干燥后称量。

4.3.3 试剂和材料

4.3.3.1 硝酸(GB/T 626):1+1 溶液。

4.3.3.2 柠檬酸(GB/T 9855)溶液,20g/L, pH 值约为 2.1,此溶液中加入 0.5g 水杨酸防腐剂,易于保存。

4.3.3.3 四苯基合硼酸钠:15g/L 溶液。取 15g 四苯基合硼酸钠溶解于约 960mL 水中,加 4mL 400g/L 的氢氧化钠溶液和 20mL 100g/L 的六水氯化镁溶液,搅拌 15min,静置后用中途滤纸过滤。

该溶液贮存在棕色瓶或塑料瓶中,一般不超过 1 个月期限。如发现浑浊,使用前应过滤。

4.3.3.4 四苯基合硼酸钠洗涤液:用 10 体积的水稀释 1 体积的四苯基合硼酸钠溶液(4.3.3.3)。

4.3.3.5 百里香酚蓝(HG/T 3—1223)指示剂:1g/L 乙醇溶液,按 4.2.3.4 配制。

4.3.4 仪器、设备

一般实验室玻璃仪器和

- 玻璃坩埚式滤器,4 号(微孔孔径 4~16 μm),容积 30mL;
- 35~40r/min 上下旋转式振荡器或其他相同效果的水平往复振荡器;
- 电热恒温干燥箱,能维持温度(120 \pm 2) $^{\circ}\text{C}$;
- 水浴。

4.3.5 分析步骤

4.3.5.1 试样溶液的制备

称取 2.5g 试样(精确至 0.001g),置于干燥的 250mL 锥形瓶中。准确加入 200mL 预先加热至 28~30℃的柠檬酸溶液(4.3.3.2),塞紧瓶塞,保持溶液温度在 28~30℃之间,置于振荡器(4.3.4b)上振荡 1h,立即干过滤,弃去最初几毫升滤液,此为供钾含量测定用的试液。

4.3.5.2 测定

吸取 150mL 的试液(4.3.5.1)置于 500mL 烧杯中,加入 5 滴百里香酚蓝指示剂(4.3.3.5),用 1+1 硝酸溶液调至溶液呈黄红色(pH 为 2.0~2.5),在不断搅拌下,于试样溶液中逐滴加入四苯基合硼酸钠溶液(4.3.3.3),加入量为每含 1mg 氧化钾加四苯基合硼酸钠溶液 0.5mL,并过量约 7mL,继续搅拌 1min,静置 15min(不超过 30min),用倾泻法将沉淀过滤于 120℃下预先恒重的 4 号玻璃坩埚式滤器内,用洗涤溶液洗涤沉淀 5~7 次,每次用量约 5mL,最后用水洗涤 2 次,每次用量 5mL。

将盛有沉淀的滤器置入(120±2)℃干燥箱中,干燥 1.5h,然后移入干燥器中冷却至室温、称量。

4.3.5.3 空白试验

在测定的同时,除不加试样外,按 4.3.5.1 和 4.3.5.2 条完全相同的分析步骤、试剂和用量进行操作。

4.3.6 分析结果的表述

有效氧化钾(K₂O)含量 X₃,以质量百分数(%)表示,按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1314}{m_0 \times \frac{150}{200}} \times 100$$

$$= \frac{17.52 \times (m_1 - m_2)}{m_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中: m₁——四苯基合硼酸钾沉淀的质量,g;

m₂——试剂空白试验所得四苯基合硼酸钾沉淀的质量,g;

m₀——试样的质量,g;

0.1314——四苯基合硼酸钾质量换算为氧化钾质量的系数。

4.3.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.12%。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.24%。

4.4 水分的测定 重量法

4.4.1 适用范围

本方法适用于所取试样中水分失重大于 0.001g。

4.4.2 方法提要

在一定温度的电热恒温干燥箱内,试样在规定时间内干燥减少的质量为水分含量。

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 电热恒温干燥箱:能维持温度(130±2)℃。

4.4.3.2 带盖磨口称量瓶:直径 50mm,高 30mm。

4.4.4 分析步骤

称取 10g 钙镁磷钾肥(精确至 0.001g),置于预先在(130±2)℃干燥至恒重的称量瓶(4.4.3.2)中,将称量瓶盖稍微打开,称量瓶置于干燥箱中应接近于温度计的水银球水平位置,待温度达到(130±2)℃时干燥 20min 取出,盖上称量瓶盖,在干燥器中冷却后称量。

4.4.5 分析结果的表述

水分(H₂O)X₄,以质量百分数(%)表示,按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

式中： m_1 ——称量瓶及试样在干燥前质量，g；
 m_2 ——称量瓶及试样在干燥后质量，g；
 m_0 ——试样质量，g。

4.4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。
 平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。
 不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.06%。

4.5 细度的测定 筛分法

4.5.1 方法提要

用筛分的方法计算试样通过规定筛孔的质量百分数。

4.5.2 仪器、设备

4.5.2.1 标准筛：孔径 250 μ m，应符合 GB 6003 中 R 40/3 系列的要求，另附筛盖和底盘。

4.5.2.2 天平：感量 0.5g。

4.5.2.3 电动振筛机。

4.5.3 分析步骤

将孔径 250 μ m 的标准筛放在底盘上，称取约 100g 试样（精确至 0.5g），置于筛中，盖好筛盖，置于振筛机（4.5.2.3）上夹紧，振荡 10min，然后将通过规定筛孔的试样用毛刷仔细地刷扫在表面皿上，称量。

注：若无振筛机，可用人工进行筛分操作，即人工充分振荡 10min，但仲裁时必须用振筛机。

4.5.4 分析结果的表述

通过 250 μ m 标准筛的细度 X_6 ，以质量百分数(%)表示，按式(5)计算：

$$X_6 = \frac{m}{m_0} \times 100 \dots \dots \dots (5)$$

式中： m ——通过筛孔试样的质量，g；
 m_0 ——试样质量，g。

5 检验规则

5.1 钙镁磷钾肥应由生产厂的质量检验部门进行检验，生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。每一批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：生产厂名称、厂址、产品名称、产品等级、批号、生产日期、产品净重和本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定，对所收到的钙镁磷钾肥进行质量检验，核验其指标是否符合本标准要求。

5.3 钙镁磷钾肥按批检验，每批的重量规定不超过 300t。用户可将附有同一质量证明书的质量均匀的产品作为一批。

5.4 袋装的钙镁磷钾肥按 GB/T 6678 规定选取采样袋数，如表 2。

表 2 选取采样袋数的规定

总的包装袋数	采样袋数	总的包装袋数	采样袋数
1~10	全部袋数	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		

超过 500 袋以上时,按 $3 \times \sqrt[3]{N}$ (N 为每批产品总的包装袋数)的规定计算采样袋数。计算中,如遇有小数时,则进为整数。

采样时,用采样器从袋口一边斜插至对边袋深的 $3/4$ 处采取均匀样品,每次取出样品不少于 100g,所取样品总量不得少于 2kg。

5.5 将所取样品合并在一起,仔细混匀,用缩分器或四分法缩分至约 0.5kg(不得重新制样),分装于两个清洁、干燥并具有磨口塞的广口瓶或聚乙烯瓶中。贴上标签并注明:生产厂名称、产品名称、批号、取样日期和采样人姓名。一份供检验用,另一份作为保留样品,保留期 2 个月,供查验。

5.6 如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中重新采样进行复验。复验的结果,即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批钙镁磷钾肥为不合格品。

5.7 本标准采用 GB 1250 中“修约值比较法”判断检验结果是否符合标准。

5.8 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时,应按《中华人民共和国产品质量法》有关产品质量仲裁规定进行。

6 包装、标志、运输和贮存

6.1 钙镁磷钾肥应用复合袋或多层袋包装,包装件的技术要求、包装材料应符合 GB 8569 中对“钙镁磷肥”的有关规定。

6.2 每袋净重 (25 ± 0.5) kg、 (40 ± 0.8) kg 或 (50 ± 1.0) kg。每批产品每袋平均净重要达到 25kg、40kg 或 50kg。

6.3 钙镁磷钾肥包装袋上应标明生产厂名称、厂址、产品名称、生产日期或生产批号、商标、级别、净重和本标准编号。

6.4 钙镁磷钾肥可用汽车、火车、轮船等交通工具运输,在运输过程中应防潮和防包装袋破损。

6.5 钙镁磷钾肥应贮存于场地平整、阴凉、通风干燥的仓库内。包装件堆置高度应不大于 7m。

附加说明:

本标准由化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部上海化工研究院归口。

本标准由化学工业部上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人谢瑞铭、韩停战。

自本标准实施之日起,原化学工业部部颁标准 HG 1—1384—81《钙镁磷钾肥统一分析方法》作废。