



中华人民共和国国家标准

GB/T 20784—2013
代替 GB/T 20784—2006

农业用硝酸钾

Potassium nitrate for agricultural use

2013-11-12 发布

2014-04-11 实施

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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 20784—2006《农业用硝酸钾》，与 GB/T 20784—2006 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了颗粒状农业用硝酸钾的指标(表 1)及试验方法(4.7)；
- 细化了包装标识的规定。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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)、文通钾盐集团有限公司、青海联大化工科技有限公司、青海盐湖元通钾肥有限公司。

本标准主要起草人：于松涛、刘安东、余荣华、梁永祥、肖秋平。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 20784—2006。

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、运输和贮存。
本标准适用于各种工艺生产的固体农业用硝酸钾产品,分为粉状和粒状两种类别。

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 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 2441.1 尿素的测定方法 第1部分:总氮含量

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 8569 固体化学肥料包装

GB 18382 肥料标识 内容和要求

GB/T 24890 复混肥料中氯离子含量的测定

GB/T 24891 复混肥料粒度的测定

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

3 要求

3.1 外观:白色或浅色的结晶粉末或颗粒,无肉眼可见(机械)杂质。

3.2 农业用硝酸钾产品应符合表1要求,同时应符合标明值。

表1 农业用硝酸钾的要求

%

项目		等级		
		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
水分	≤	0.5	1.2	2.0
粒度 ^a /d	1.00 mm~4.75 mm	≥	90	
	1.00 mm 以下	≤	3	

^a 结晶粉末状产品,粒度指标不做规定。

4 试验方法

警示:本标准实验操作中用到强酸强碱时,需小心谨慎。使用挥发性强酸时,应在通风橱中进行。加热时禁止使用明火。

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。

试样制备按 5.5 进行。除外观和粒度外,均做两份试料的平行测定。

4.1 外观

目视法测定。

4.2 氧化钾含量 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,加入乙二胺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、干燥后称量。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 氢氧化钠溶液:200 g/L;

4.2.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:40 g/L;

4.2.2.3 四苯硼酸钠溶液:15 g/L;

4.2.2.4 四苯硼酸钠洗涤液: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 95% 的乙醇中,定容至 100 mL。

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 电热恒温干燥箱:能控制温度 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

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,冷却至室温,转移到 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度、混匀。干过滤,弃去最初几毫升滤液,保留滤液为试液 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。加热微沸 15 min,使溶液始终保持红色。冷却至室温后,在不断搅拌下,缓慢滴加四苯硼酸钠溶液 25 mL,继续搅拌 1 min,静置 15 min。

通过预先在 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥恒量的坩埚式滤器过滤烧杯上面的清液,以四苯硼酸钠洗涤液用倾泻法反复洗涤沉淀 3 次,共用洗涤液约 40 mL,直至将全部沉淀转移到玻璃坩埚式滤器中,用少量洗涤液洗涤烧杯,最后用约 5 mL 水洗涤烧杯 1 次。

将盛有沉淀的坩埚式滤器置入 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中,待温度达到后干燥 90 min,然后放在干燥器内冷却至室温,称量。

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;

m_0 —— 试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。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 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 °C 下干燥至恒量。

4.3.2.3 氢氧化钠溶液:400 g/L。

4.3.2.4 硫酸溶液: $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ 或 $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 1 \text{ mol/L}$ 。

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 硅胶。

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 [$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$] 或 20.0 mL 硫酸溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$]、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甲基红-亚甲基蓝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);

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)。

计算结果保留到小数点后两位。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 佛尔哈德法

按 GB/T 24890 中的规定进行,其中称样量为 5.0~10.0 g(精确到 0.001 g),吸取的试液量为

25.0 mL。

计算结果保留到小数点后二位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.4.1 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 水分 重量法

4.5.1 原理

在一定温度下，试料在电热恒温干燥箱内干燥，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 电热恒温干燥箱：能控制温度 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

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 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒量的称量瓶中，瓶盖倾斜放置，置于电热恒温干燥箱中与温度计水银球同一水平面位置处，在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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，称量；

4.5.4 分析结果的表述

水分以水(H_2O)的质量分数 w_4 计，按式(3)计算：

$$w_4 = \frac{m_6 - m_7}{m_8} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

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)。

计算结果保留到小数点后二位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

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%。

4.6 粒状产品的粒度

选用孔径为 1.00 mm、4.75 mm 的试验筛，按 GB/T 24891 中的规定进行。

5 检验规则

5.1 检验分类

第三章的所有项目均为出厂检验项目。

5.2 组批

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。

5.3 采样方案

5.3.1 袋装产品

不超过 512 袋时,按表 2 采样,超过 512 袋时,按式(4)计算结果采样,计算结果如果遇到小数,则进为整数。

表 2 采样袋数的确定

总袋数	最少采样袋数	总袋数	最少采样袋数
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		

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

n ——最少采样袋数;

N ——每批产品总袋数。

按表 2 或式(4)计算结果,随机抽取一定量袋数,用采样器从每袋最长对角线插入至袋的四分之三处,取出不少于 100 g 的样品,总的采样量不少于 2 kg。

5.3.2 散装产品

按 GB/T 6679 的规定进行。

5.4 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 1 kg,再缩分成两份,分装于两个洁净、干燥的 500 mL 具有磨口塞的广口瓶或塑料瓶(生产企业可用洁净干燥的塑料自封袋盛装样品)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)及批量、采样人姓名、采样日期,一瓶作产品质量分析,一瓶保存二个月,以备查用。

5.5 试样制备

由 5.4 中取一瓶 500 g 缩分样品,经多次缩分后取出约 100 g 样品,迅速研磨至全部通过 0.50 mm 孔径试验筛(如样品潮湿,可以通过 1.00 mm 孔径试验筛),混合均匀,置于洁净、干燥瓶中,作成分分析。余下实验室样品供粒状产品的粒度测定。

5.6 结果判定

5.6.1 本标准中产品质量指标合格判断,采用 GB/T 8170—2008 中“修约值比较法”。

5.6.2 生产企业出厂检验时：出厂检验项目全部符合要求时，判该批产品合格。

5.6.3 如果有一项指标不符合本标准的要求，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标准要求时，则整批产品为不合格。

5.6.4 生产企业应保证所有出厂的产品均符合本标准的要求。每批出厂的产品附有质量证明书，其内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、产品等级、产品类别、批号或生产日期、产品净含量、氧化钾含量、总氮含量和本标准编号，以及法律规定应标注的内容。

6 标识

6.1 粉状产品包装袋上应标明氧化钾含量、总氮含量或产品等级、产品类别和 GB 190—2009 中标签 5 的“氧化性物质”标识，其余应符合 GB 18382 的规定。

6.2 粒状产品包装袋上应标明氧化钾含量、总氮含量或产品等级、产品类别和 GB 190—2009 中标签 5 的“氧化性物质”标识。若产品通过有资质的第三方检测机构的测试表明不以属于氧化性物质的可不标“氧化性物质”。

6.3 产品的安全性方面的标签、标识应符合相关的化学品法律、法规、强制性标准的要求。

6.4 应以单一数值标明产品的净含量。

6.5 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 ± 0.5) kg、 (40 ± 0.4) kg、 (25 ± 0.25) kg、 (10 ± 0.1) 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。如需特殊包装或其他规格，供需双方另行协商。

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 产品应按其物质安全技术说明书(MSDS 或 SDS)中的贮存条件进行贮存，在运输过程中应防潮、防晒、防破损。
