



中华人民共和国国家标准

GB/T 20937—2007

硫酸钾镁肥

Potassium magnesium of sulphate fertilizer

2007-06-06 发布

2007-09-01 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归口并负责解释。

本标准由国家化肥质量监督检验中心(上海)和青海中信国安科技发展有限公司负责起草。

本标准主要起草人:杨一、杨建元、刘刚、李勇、周庆云、包剑。

本标准为首次发布。

硫酸钾镁肥

1 范围

本标准规定了硫酸钾镁肥的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存等。

本标准适用于从盐湖卤水或固体钾镁盐矿中仅经物理方法提取或直接除去杂质制成的含镁、硫等中量元素的硫酸钾镁肥产品,不适用于用硫酸钾和镁化合物掺混而成的产品。

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/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB 8569 固体化学肥料包装

GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法

GB/T 8577 复混肥料中游离水含量的测定 卡尔·费休法

GB 15063—2001 复混肥料(复合肥料)

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

GB/T 19203 复混肥料中钙、镁、硫含量的测定

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 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

硫酸钾镁肥 potassium magnesium of sulphate fertilizer

从盐湖卤水或固体钾镁盐矿中仅经物理方法提取或直接除去杂质制成的一种含镁、硫等中量元素的化合态钾肥,分子式为: $K_2SO_4 \cdot (MgSO_4)_m \cdot nH_2O$,其中 $m=1\sim 2$; $n=0\sim 6$ 。

4 要求

4.1 外观:粉状结晶或颗粒状产品,无机械杂质。

4.2 硫酸钾镁肥产品应符合表 1 要求,同时应符合标明值。

表 1 硫酸钾镁肥的要求

项 目		优等品	一等品	合格品
氧化钾(K_2O)的质量分数/%	$\geq$	30.0	24.0	21.0
镁(Mg)的质量分数/%	$\geq$	7.0	6.0	5.0
硫(S)的质量分数/%	$\geq$	18.0	16.0	14.0
氯离子(Cl^-)的质量分数/%	$\leq$	2.0	3.0	3.0
游离水(H_2O)的质量分数/%	$\leq$	1.5	4.0	4.0

表 1 (续)

项 目		优等品	一等品	合格品
水不溶物的质量分数/%	≤	1.0	2.0	2.0
pH 值		7.0~9.0		
粒度(1.00 mm~4.75 mm)/%	≥	90	80	80
注: 粉状产品不做粒度要求, 游离水(H ₂ O)的质量分数以出厂检验为准。				

5 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 的规定进行。

5.1 外观

目测法测定。

5.2 氧化钾的测定(采用四苯硼钾重量法)

5.2.1 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螯合其他微量阳离子, 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。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 氢氧化钠溶液: 200 g/L;

5.2.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液: 40 g/L;

5.2.2.3 四苯硼酸钠溶液: 15 g/L;

5.2.2.4 四苯硼酸钠洗涤液: 1.5 g/L;

5.2.2.5 酚酞指示液: 5 g/L 乙醇溶液, 溶解 0.5 g 酚酞于 100 mL 的乙醇中。

5.2.3 仪器

5.2.3.1 通常实验室用仪器;

5.2.3.2 玻璃坩埚式滤器: 4 号, 孔径(4~16) μm, 30 mL;

5.2.3.3 干燥箱: 可控制温度在(120±5)℃。

5.2.4 测定

做两份试料的平行测定。

根据试样的氧化钾含量称取试料 1.5 g~2 g(精确至 0.001 g), 置于 250 mL 三角瓶中, 加 100 mL 水, 插上梨形漏斗, 在电炉或电热板上缓缓煮沸 15 min, 冷却, 定量转移到 250 mL 量瓶中, 用水稀释至刻度, 干过滤, 弃去最初几毫升滤液, 保留滤液供测定氧化钾含量用。

准确吸取 25.0 mL 滤液到 200 mL 烧杯中, 用水稀释至约 50 mL, 加 10 mL EDTA 溶液和 5 滴酚酞指示液, 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, 注意不能蒸干。如试液太少可加入适量水, 加热过程中溶液应始终保持红色, 然后在水流下迅速冷却至室温, 在不断搅拌下, 缓慢滴加四苯硼酸钠溶液 30 mL, 继续搅拌 1 min, 静置 15 min。

通过预先在(120±5)℃干燥箱中恒重的玻璃坩埚式滤器用倾泻法过滤烧杯中上层清液, 然后用盛在洗瓶内的四苯硼酸钠洗涤液将烧杯内的沉淀冲入滤器内抽滤(每次约用洗涤液 5 mL, 5~7 次冲洗完毕), 最后用水洗涤烧杯两次, 每次用水 5 mL, 均并入滤器内抽滤完毕。

将盛有沉淀的滤器置于(120±5)℃的干燥箱中, 待温度达到后干燥 90 min, 移入干燥器内冷却, 称量。

5.2.5 空白试验

在测定的同时, 除不加试料外, 按同样的操作步骤、同样试剂、溶液和用量, 进行平行测定。

5.2.6 分析结果的表述

氧化钾(K₂O)含量 w_1 以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1314}{m_0 \times 25/250} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 131.4}{m_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——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 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.2.7 允许差

平行测定结果的绝对差值应不大于0.39%,不同实验室测定结果的绝对差值应不大于0.73%。

5.3 镁的测定

按 GB/T 19203 规定进行,选用铬黑 T 指示剂。

5.4 硫的测定

按 GB/T 19203 规定进行。

5.5 氯离子的测定(采用佛尔哈德法)

称样量为 6 g~8 g,其余按 GB 15063—2001 中的 5.7“氯离子含量测定”进行。

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

5.6 游离水的测定

5.6.1 卡尔·费休法(仲裁法)

按 GB/T 8577 进行。

5.6.2 真空烘箱法

按 GB/T 8576 进行。

5.7 水不溶物的测定

5.7.1 方法提要

试样经水溶解后,不溶性残渣经过滤、烘干、称量,即为水不溶物。

5.7.2 仪器

5.7.2.1 通常实验室用仪器;

5.7.2.2 干燥箱:可控制温度在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$;5.7.2.3 玻璃坩埚式过滤器:4号,孔径 $(4 \sim 16)\mu\text{m}$,容积 30 mL。

5.7.3 测定

做两份试料的平行测定。

称取 10 g~20 g 试样,精确至 0.001 g,置于 400 mL 烧杯中,加入 150 mL 水,在不断搅拌下煮沸 5 min,沸水浴保温 30 min。取下烧杯,待残渣下沉后,用预先在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥至恒量的玻璃坩埚式过滤器抽滤。用热水洗涤残渣 6~8 次,每次用水约 15 mL。取下滤器放入 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的烘箱内,干燥至恒重(即最后两次称量之差不大于 0.000 3 g)。

5.7.4 分析结果的表述

水不溶物的含量 w_2 以质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_5} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_3 ——干燥后玻璃坩埚式过滤器及残渣质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——玻璃坩埚式过滤器质量的数值,单位为克(g);

m_5 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.7.5 允许差

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05%;不同实验室测定结果的绝对差值应不大于 0.10%。

5.8 酸碱度的测定(采用 pH 酸度计法)

5.8.1 原理

试样经水溶解,用 pH 酸度计测定。

5.8.2 试剂和溶液

5.8.2.1 磷酸盐标准缓冲溶液: $c(\text{KH}_2\text{PO}_4)=0.025\text{ mol/L}$, $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4)=0.025\text{ mol/L}$,25℃时 pH 值为 6.86;

5.8.2.2 硼酸盐标准缓冲溶液: $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7)=0.01\text{ mol/L}$,25℃时 pH 值为 9.28。

5.8.3 仪器

5.8.3.1 通常实验室用仪器;

5.8.3.2 pH 酸度计:灵敏度为 0.01pH 单位。

5.8.4 测定

称取 10 g 试料于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 不含二氧化碳的水,搅动 1 min,静置 30 min,用 pH 酸度计测定。测定前,用标准缓冲溶液对酸度计进行校验。

5.8.5 分析结果的表述

试样的酸碱度以 pH 值表示。

5.9 粒度的测定(采用筛分法)

按 GB 15063—2001 中的 5.6“粒度测定”筛分法进行,试验筛选用的孔径分别为 1.00 mm 和 4.75 mm。

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

产品检验为出厂检验,检验项目为本标准第 4 章的全部内容。游离水以出厂检验为准。

6.2 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 1 500 t。

6.3 采样方案

6.3.1 袋装产品

不超过 512 袋时,按表 2 确定采样袋数;大于 512 袋时,按式(3)计算结果确定采样袋数,如遇小数,则进为整数。

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

式中:

x ——采样袋数;

N ——每批产品总袋数。

按表 2 或式(3)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 2/3 处,取出

不少于 100 g 样品,每批采取总样品量不少于 2 kg。

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	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		

6.3.2 散装产品

按 GB/T 6679 规定进行。

6.4 样品缩分和试样制备

6.4.1 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不少于 1 kg,再缩分成两份,分装于两个洁净、干燥且具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中,密封并贴上标签,注明生产企业名称、产品名称、产品等级、批号或生产日期、取样日期和取样人姓名,一瓶做产品质量分析,另一瓶保存两个月,以备查用。

6.4.2 试样制备

在按 6.4.1 制成的样品中取一瓶样品,经多次缩分后取出约 150 g 样品,迅速研磨至全部通过 1.00 mm 筛,混匀,置于洁净、干燥的瓶中,做成分分析。如为粒状产品,余下样品供粒度测定用。

6.5 结果判定

6.5.1 本标准中产品质量指标合格判定,采用 GB/T 1250 中的修约值比较法。

6.5.2 出厂检验的项目全部符合本标准要求时,判该批产品合格。

6.5.3 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,判该批产品不合格。

6.5.4 每批检验合格的出厂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、镁、硫等主要指标含量和产品等级以及本标准编号。

7 标识

产品包装容器正面应标明氧化钾、镁、硫含量和产品等级,氧化钾含量应与镁、硫含量分行分别标注,不应将氧化钾含量与镁、硫含量相加做为总养分标注。其余执行 GB 18382。包装容器背面可以标出产品使用说明。用硫酸钾和镁化合物掺混而成的产品不应标注硫酸钾镁肥。

8 包装、运输和贮存

8.1 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 对复混肥料产品的规定执行。产品每袋净含量分别为 (50 ± 0.5) kg、 (40 ± 0.4) kg、 (25 ± 0.25) kg、 (20 ± 0.2) kg、 (10 ± 0.1) kg,平均每袋净含量分别不应低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、20.0 kg、10.0 kg。

8.2 产品应贮存于阴凉干燥处,在运输过程中应防潮、防晒、防破裂。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硫 酸 钾 镁 肥

GB/T 20937—2007

*

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 11 千字
2007年9月第一版 2007年9月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-29870 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 20937—2007