



中华人民共和国国家标准

GB 20406—2006

农业用硫酸钾

Potassium sulfate for agricultural use

2006-03-14 发布

2006-12-01 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

本标准第3章、第5章、第6章和第7章中7.1为强制性条款,其余为推荐性条款。

本标准在 HG/T 3279—1990《农业用硫酸钾》的基础上制定。

本标准与 HG/T 3279—1990 的主要差异是:

- 标准的适用范围更改为“适用于各种工艺生产的固体农业用硫酸钾”。
- 增加了颗粒状硫酸钾要求。
- 根据我国农业用硫酸钾的生产条件及实物质量水平对农用硫酸钾的要求进行了调整。
- 氧化钾含量的测定方法中取消了加甲醛的步骤。
- 氯含量的测定由汞量法改为佛尔哈德法。

本标准自实施之日起, HG/T 3279—1990 废止。

本标准由全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)归口并负责解释。

本标准起草单位:国家化肥质量监督检验中心(上海)、青上化工(上海)有限公司、青上化工(天津)有限公司。

本标准主要起草人:商照聪、陈怡全、刘赞、陈和成、陈保慈、陈南宏、田鸿艳、胡世善。

本标准为首次制定。

项 目	优等品	一等品	合格品	不合格品	备 注
硫酸钾含量, %	≥ 95.0	≥ 94.0	≥ 93.0	—	
氯化钾含量, %	≤ 0.5	≤ 0.5	≤ 0.5	—	
水不溶物含量, %	≤ 0.5	≤ 0.5	≤ 0.5	—	
水溶性氯化物含量, %	≤ 0.5	≤ 0.5	≤ 0.5	—	
水溶性硫酸盐含量, %	≤ 0.5	≤ 0.5	≤ 0.5	—	
水溶性磷酸盐含量, %	≤ 0.5	≤ 0.5	≤ 0.5	—	
水溶性硝酸盐含量, %	≤ 0.5	≤ 0.5	≤ 0.5	—	
水溶性亚硝酸盐含量, %	≤ 0.5	≤ 0.5	≤ 0.5	—	
水溶性重碳酸盐含量, %	≤ 0.5	≤ 0.5	≤ 0.5	—	
水溶性有机质含量, %	≤ 0.5	≤ 0.5	≤ 0.5	—	

4 检测方法

本标准中所用试剂,水和玻璃仪器,在本标准附录A和B中规定。

4.1 外观

目视法判定。

4.2 氯化钾含量的测定——佛尔哈德法

4.2.1 原理

将试样溶于水中,加入过量硝酸银溶液,生成氯化银沉淀,以铬酸钾溶液为指示剂,用硫氰酸钾标准溶液滴定过量的银离子。

农业用硫酸钾

1 范围

本标准规定了农业用硫酸钾的要求,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硫酸钾。

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 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛(eqv ISO 3310-1:1990)

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

1999年4月1日国家质量技术监督局令第4号 《产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法》

3 要求

3.1 外观为粉末结晶或颗粒。

3.2 农业用硫酸钾产品应符合表1要求,同时应符合标明值。

表1 农业用硫酸钾的要求

项 目	粉末结晶状			颗粒状		
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
氧化钾(K ₂ O)的质量分数/% $\geq$	50.0	50.0	45.0	50.0	50.0	40.0
氯离子(Cl ⁻)的质量分数/% $\leq$	1.0	1.5	2.0	1.0	1.5	2.0
水分(H ₂ O)的质量分数/% $\leq$	0.5	1.5	3.0	0.5	1.5	3.0
游离酸(以 H ₂ SO ₄ 计)的质量分数/% $\leq$	1.0	1.5	2.0	1.0	1.5	2.0
粒度(粒径 1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm)/% $\geq$	—	—	—	90	90	90

4 测定方法

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。

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

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:能维持 $120^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.4 分析步骤

称取试样 2.0 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,在电炉上缓缓煮沸 15 min,冷却,定量转移到 500 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。

准确吸取含有约 40 mg K_2O 的滤液(K_2O 的质量分数为 50%,吸取 20.0 mL; K_2O 的质量分数为 45%,吸取 25.0 mL)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,使溶液始终保持红色。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,然后在水流下迅速冷却至室温,静置 15 min。

通过预先在 $120^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下干燥恒量的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 5~7 次,每次约用洗涤液 5 mL,直至将全部沉淀转移到滤器中,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。

将盛有沉淀的滤器置于 $120^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 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。

4.2.5 空白试验

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

4.2.6 分析结果的表述

氧化钾(K_2O)含量 w_1 以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1314}{m_0 \times \frac{V}{500}} \times 100 = \frac{(m_1 - m_2) \times 657.0}{m_0 V} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——四苯硼酸钾沉淀质量,单位为克(g);

m_2 ——空白试验所得四苯硼酸钾沉淀质量,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,单位为克(g);

V ——吸取试液体积,单位为毫升(mL);

500——试样溶液总体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.2.7 允许差

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

4.3 氯含量测定 佛尔哈德法

4.3.1 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。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 邻苯二甲酸二丁酯。

4.3.2.2 硝酸溶液:1+1。

4.3.2.3 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。

4.3.2.4 氯标准溶液:1 mg/mL。准确称取 1.648 7 g 经 $270^\circ\text{C}\sim 300^\circ\text{C}$ 烘干至恒量的基准试剂氯化钠于烧杯中,用水溶解后,移入 1 000 mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀,储存于塑料瓶中。

4.3.2.5 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。

4.3.2.6 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止。同时进行空白试验。

硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度 $c(\text{mol/L})$ 按式(2)计算:

$$c = \frac{m \times 1\,000}{M \times (V_0 - V_1)} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m ——所取氯标准溶液中氯离子的质量的数值,单位为克(g);

V_0 ——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_1 ——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);

M ——氯离子摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

4.3.3 分析步骤

称取试样 6 g~8 g,精确至 0.001 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加 100 mL 水,缓慢加热至沸,继续煮沸 10 min,冷却至室温,溶液转移至 250 mL 量瓶中,稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初的几毫升滤液。

准确吸取 25 mL 的滤液于 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,至出现浅橙红色或砖红色为止。

4.3.4 空白试验

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

4.3.5 分析结果的表述

氯(Cl^-)离子含量 w_2 以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0 - V_2)cM}{mD \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V_0 ——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_2 ——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);

c ——硫酸铵标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯离子摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$);

m ——试料的质量,单位为克(g);

D ——测定时吸取试液体积与试液的总体积之比。

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0.15%,不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.30%。

4.4 水分测定 重量法

4.4.1 原理

试样在 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥箱内干燥,减少的质量即为水分含量。

4.4.2 仪器

4.4.2.1 通常实验室用仪器。

4.4.2.2 称量瓶:直径6 cm,高3 cm,有磨口玻璃盖。

4.4.2.3 干燥箱:能维持 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

4.4.3 分析步骤

根据硫酸钾的水分含量,称取一定量(水分的质量分数为0.1%~1.0%,称样10 g~5 g;水分的质量分数为1.0%~10%,称样5 g~1 g)的试样,精确至0.001 g,置于预先在 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒量的称量瓶中,瓶盖倾斜放置,置于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,冷却时间与空称量瓶恒量时相同,称重。

4.4.4 分析结果的表述

水分含量 w_3 以水分质量分数(%)表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——称量瓶及试料在干燥前质量,单位为克(g);

m_2 ——称量瓶及试料在干燥后质量,单位为克(g);

m ——试料干燥前质量,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

允许差应符合表2要求。

表2 水分测定允许差

水分的质量分数	平行测定结果的绝对差值	不同实验室测定结果的绝对差值
$\leq 1.0\%$	0.10%	0.15%
$> 1.0\%$	0.20%	0.30%

4.5 游离酸含量的测定 容量法

4.5.1 原理

试样溶液以甲基红-亚甲基蓝为指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定酸度,由紫红色变成灰绿色为终点。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 不含二氧化碳的水。

4.5.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.5.2.3 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

4.5.3 仪器

4.5.3.1 通常实验室用仪器。

4.5.3.2 电磁搅拌器。

4.5.3.3 碱式或酸碱两用滴定管:25 mL。

4.5.4 分析步骤

称取 5 g~10 g 的试样,精确到 0.001 g,至于 250 mL 三角瓶中,加 100 mL 水,小心煮沸并维持 5 min,稍冷,过滤,用少量不含二氧化碳的水洗涤烧杯和滤纸各三次,洗涤液与滤液合并一起。在滤液中加 3 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液,如果溶液呈绿色,则试样无酸性;如果溶液呈紫红色,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液颜色由紫红色变为灰绿色为终点。

4.5.5 分析结果的表述

游离酸含量 w_4 以硫酸(H_2SO_4)质量分数(%)表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{c VM}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定用去氢氧化钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

M ——硫酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) $\left[M\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right) = 49.04 \right]$;

m ——试料质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

4.5.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.07%;不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.15%。

4.6 粒度测定 筛分法

4.6.1 原理

用一定规格的试验筛,将实验室样品分成不同粒径的颗粒,称量,计算质量分数。

4.6.2 仪器

4.6.2.1 通常实验室用仪器。

4.6.2.2 试验筛(GB 6003.1 中 R40/3 系列):孔径为 1.00 mm、4.75 mm 或 3.35 mm、5.60 mm 的筛子,附盖和底盘。

4.6.2.3 天平:感量为 0.5 g。

4.6.2.4 振筛机。

4.6.3 分析步骤

根据产品颗粒的大小,将筛子按 1.00 mm、4.75 mm 或 3.35 mm、5.60 mm 由下至上依次叠好装上底盘,称取经格槽缩分器或四分法缩分的试样约 200 g(精确至 0.5 g),置于 4.75 mm 或 5.60 mm 的筛子上,盖上筛盖,置于振筛机上,夹紧筛盖,振荡 5 min,或进行人工筛分。称量在 1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm 之间的试样(精确至 0.5 g),夹在筛孔中的试料作不通过此筛处理。

4.6.4 分析结果的表述

粒度 w_5 以在 1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm 之间的试料质量占整个试料质量的分(%)表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——1.00 mm~4.75 mm 或 3.35 mm~5.60 mm 之间的试料质量,单位为克(g);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果应表示至一位小数。

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、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 3 确定取样袋数;大于 512 袋时,按式(7)计算结果确定取样袋数,如遇小数,则进为整数。

表 3 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		

$$\text{采样袋数} = 3 \times \sqrt[3]{N} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

N ——每批产品总袋数。

按表 3 或式(7)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不少于 500 g(粒状产品缩分至不少于 1 kg),分装于两个洁净、干燥的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、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。

5.9 试样制备:由 5.8 中取一瓶样品,经多次缩分后取出约 100 g 样品,迅速研磨至全部通过 1.0 mm 筛,混匀,置于洁净、干燥的瓶中,做成分的分析。如为粒状产品,余下样品供粒度测定用。

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

产品包装容器上应标明氧化钾含量和氯含量,其余执行 GB 18382。

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、(20±0.2) 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、20.0 kg、10.0 kg。

7.2 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。

