



中华人民共和国国家标准

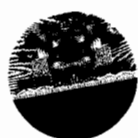
GB/T 17767.3—2010
代替 GB/T 17767.3—1999

有机-无机复混肥料的测定方法 第3部分：总钾含量

Determination of organic-inorganic compound fertilizers—
Part 3: Total potassium content

2010-06-30 发布

2011-01-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
有机-无机复混肥料的测定方法
第 3 部分:总钾含量
GB/T 17767.3—2010

*

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 0.5 字数 8 千字
2010年8月第一版 2010年8月第一次印刷

*

书号:155066·1-40261 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

前 言

GB/T 17767《有机-无机复混肥料的测定方法》分为三个部分：

- 第1部分：总氮含量；
- 第2部分：总磷含量；
- 第3部分：总钾含量。

本部分是 GB/T 17767 的第3部分。

本部分参照美国公职分析家协会分析方法手册(AOAC)(1984)、日本肥料分析方法(1982)、前苏联国家标准 ГОСТ 26718:1985 以及 ISO 5318:1983 制定。

本部分代替 GB/T 17767.3—1999《有机-无机复混肥料中总钾含量的测定》。

本版与前版的主要差异是：

- 取消了加入甲醛以克服铵离子干扰的步骤；
- 将四苯硼钾重量法中钾的计算公式进行了改写。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：国家化肥质量监督检验中心(上海)。

本部分主要起草人：范宾、章明洪、张春晖。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17767.3—1999。

有机-无机复混肥料的测定方法

第3部分：总钾含量

1 范围

GB/T 17767 的本部分规定了有机-无机复混肥料中总钾含量的测定方法。

本部分适用于由有机肥料与化学肥料组成的有机-无机复混肥料,也适用于各种固体有机肥料的总钾含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17767 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 8571 复混肥料 实验室样品制备

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

3 试剂和材料

警告——试剂中的过氧化氢、硝酸、高氯酸具有腐蚀性和氧化性,硫酸和氢氧化钠溶液具有腐蚀性,相关操作应在通风橱内进行。本标准并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

本部分中所用试剂、溶液和水,在未注明规格和配制方法时,均应符合 HG/T 2843 的规定。

3.1 硫酸;

3.2 过氧化氢;

3.3 硝酸;

3.4 高氯酸;

3.5 四苯硼酸钠溶液沉淀剂:15 g/L;

3.6 四苯硼酸钠洗涤液:1.5 g/L;

3.7 乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA)溶液:40 g/L;

3.8 氢氧化钠溶液:400 g/L;

3.9 酚酞:5 g/L 乙醇溶液,溶解 0.5 g 酚酞于 100 mL 95%(体积分数)乙醇中;

3.10 氧化钾标准贮备溶液:1.00 mg/mL。

称取 1.582 8 g 经 110 °C 烘 2 h 的氯化钾,用水溶解后定容于 1 L 量瓶中,混匀,该溶液 1 mL 含氧化钾(K_2O)1.00 mg,贮存于塑料瓶中;

3.11 氧化钾标准溶液:100 μ g/mL。

吸取 25.0 mL 氧化钾标准贮备溶液(3.10)于 250 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含氧化钾(K_2O)100 μ g。

4 仪器、设备

4.1 通常实验室用仪器;

- 4.2 玻璃坩埚式滤器:4号,容积30 mL;
- 4.3 电热恒温干燥箱:温度能控制 $(120\pm 5)^{\circ}\text{C}$;
- 4.4 火焰光度计。

5 试样溶液制备

做两份试料的平行测定。

按 GB/T 8571 规定制备实验室样品。试样制备时样品研磨至通过 1 mm 试验筛,若样品很难粉碎,可研磨至通过 2 mm 试验筛。

钾含量 $(\text{K}_2\text{O}) < 2\%$ 的试样,采用火焰光度法测定,称取 2 g 试样;钾含量 $(\text{K}_2\text{O}) \geq 2\%$ 的试样,采用四苯硼钾重量法测定,当 $2\% \leq$ 钾含量 $(\text{K}_2\text{O}) < 5\%$ 时称取 4 g 试样,钾含量 $(\text{K}_2\text{O}) \geq 5\%$ 时称取 2 g 试样,称准至 0.000 2 g,用下列方法之一制备试样溶液。

5.1 硝酸-高氯酸消煮法

将试样置于 250 mL 高型烧杯中,加入 20 mL 硝酸,小心摇匀,在通风橱内用电热板加热至近干涸,稍冷后加入 10 mL 高氯酸,盖上表面皿,缓慢加热至冒高氯酸的白烟,继续加热直至溶液呈无色或浅色清液(注意不能蒸干!)。冷却至室温,将消煮液移入 250 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初 50 mL 滤液。

5.2 硫酸-过氧化氢消煮法

将试料置于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 浓硫酸和 3 mL~5 mL 过氧化氢,小心摇匀,静放 12 h~15 h,然后再加入 3 mL~5 mL 过氧化氢,插上梨形漏斗,在通风橱内用 1 500 W 电炉缓慢加热至沸腾,继续加热保持 30 min,取下;若溶液未澄清,稍冷后分次再加入 3 mL 过氧化氢,并分次消煮,直至溶液呈无色或浅色清液,继续加热 10 min,冷却至室温。将消煮液移入 250 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初 50 mL 滤液。

6 分析步骤

做两份试料的平行测定。

6.1 四苯硼钾重量法

当试样中含氧化钾大于或等于 2%(质量分数)时,采用本方法。

6.1.1 方法原理

在弱碱性介质中,以四苯硼酸钠沉淀试样溶液中的钾离子。为了防止阳离子干扰,可预先加入适量的乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA),使阳离子与乙二胺四乙酸二钠络合。将沉淀过滤、干燥及称量。

6.1.2 试液处理

吸取上述滤液 25 mL,置入 200 mL 烧杯中,加 EDTA 溶液(3.7)20 mL(含阳离子较多时可加 40 mL),加 2~3 滴酚酞溶液(3.9),滴加氢氧化钠溶液(3.8)至红色出现时,再过量 1 mL,在良好的通风橱内缓慢加热煮沸 15 min,然后放置冷却或用流水冷却至室温,若红色消失,再用氢氧化钠溶液调至红色。

6.1.3 沉淀及过滤

在不断搅拌下,于试样溶液(6.1.2)中逐滴加入四苯硼酸钠沉淀剂(3.5),加入量为每含 1 mg 氧化钾加四苯硼酸钠溶液(3.5)0.5 mL,并过量约 7 mL,继续搅拌 1 min,静置 15 min,用倾滤法将沉淀过滤于 120 $^{\circ}\text{C}$ 下预先恒量的 4 号玻璃坩埚式滤器(4.2)内,用洗涤溶液(3.6)洗涤沉淀 5~7 次,每次用量约 5 mL,最后用水洗涤 2 次,每次用量 5 mL。

6.1.4 干燥

将盛有沉淀的坩埚置入 120 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 干燥箱中,干燥 1.5 h,然后放在干燥器内冷却至室温,称量。

注:坩埚洗涤时,若沉淀不易洗去,可用丙酮进一步清洗。

6.1.5 空白试验

除不加试料外,须与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤,进行平行操作。

6.1.6 分析结果的表述

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

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

式中:

- m_2 ——试液所得沉淀的质量的数值,单位为克(g);
- m_1 ——空白实验时所得沉淀的质量的数值,单位为克(g);
- 0.1314——四苯硼酸钾质量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);
- 25——吸取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- 250——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

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。

6.1.7 允许差

平行测定和不同实验室测定结果的允许差值应符合表1要求。

表 1

钾的质量分数(以 K_2O 计)/%	平行测定允许差值/%	不同实验室测定允许差值/%
<10.0	0.20	0.40
10.0~20.0	0.30	0.60
>20.0	0.40	0.80

6.2 火焰光度法

当试样中含氧化钾小于2%时,采用本方法。

6.2.1 方法原理

待测液在火焰高温激发下,辐射出钾元素的特征光谱,其强度与溶液中钾的浓度成正比,从钾标准溶液所作的工作曲线上即可查出待测液的钾浓度。

6.2.2 空白溶液制备

除不加试料外,应用的试剂和操作步骤同第5章。

6.2.3 标准曲线绘制

吸取氧化钾标准溶液(3.11)0 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 分别置于6个50 mL量瓶中,加入与吸取试样溶液等体积的空白溶液(6.2.2),用水稀释至刻度,混匀,此系列溶液为1 mL含氧化钾(K_2O)0 μ g、5.00 μ g、10.00 μ g、20.00 μ g、30.00 μ g、40.00 μ g的标准溶液。在火焰光度计上,以空白溶液调节仪器零点,以标准溶液中最高浓度的溶液调节满度至80分度处。再依次由低浓度至高浓度测量其他标准溶液,记录仪器示值。根据氧化钾浓度和仪器示值绘制标准曲线或求出直线回归方程。氧化钾标准溶液系列的浓度可视仪器灵敏度做适当调整。

6.2.4 测定

吸取一定量的试样溶液[约含(K_2O)0.5 mg~2 mg]于50 mL量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,与氧化钾标准溶液系列同条件地在火焰光度计上测定,记录仪器示值,在工作曲线上查取浓度值。每测量3个样品后须用氧化钾标准溶液校正仪器。

6.2.5 分析结果的表述

总钾含量 w_2 ,以氧化钾(K_2O)质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{\rho \times D \times 50}{m_3} \times 10^{-6} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

GB/T 17767.3—2010

式中:

 ρ ——由标准曲线查得的试样溶液中氧化钾质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$); D ——分取倍数,定容体积的数值/分取体积的数值;50——定容体积的数值,单位为毫升(mL); m_3 ——试料质量的数值,单位为克(g); 10^{-6} ——由 μg 换算为 g 的因数。

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。

6.2.6 允许差

平行测定和不同实验室测定结果的允许差值应符合表 2 要求。

表 2

钾含量(K_2O)/%	平行测定允许差值/%	不同实验室测定允许差值/%
<0.5	0.05	0.10
0.5~1.0	0.07	0.14
>1.0~2.0	0.10	0.20



GB/T 17767.3-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40261

定价: 14.00 元