

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 797—2004

硅 肥

Silicate fertilizer

2004-04-16 发布

2004-06-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准起草单位：中国农业科学院土壤肥料研究所、农业部肥料质量监督检测中心(长沙)、河南省科学院地理所硅肥工程中心、云南省昆阳磷肥厂。

本标准主要起草人：李春花、周卫、梁国庆、范红黎、周运辉、蔡德龙、李杰。

硅 肥

1 范围

本标准规定了硅肥的技术要求、试验方法、检验规则以及标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于以炼铁炉渣、黄磷炉渣、钾长石、海矿石、赤泥等为主要原料,以有效硅(SiO_2)为主要标明量的各种肥料。

2 引用标准

下列标准所含的条文,通过在本标准引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1250—1989 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

GB/T 6678—1986 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB 8569—1997 固体化学肥料包装

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

HG 2557—1994 钙镁磷肥

HG/T 2843—1997 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 要求

3.1 术语

下列术语和定义适用于本标准。

硅肥

包括以炼铁炉渣、黄磷炉渣、钾长石、海矿石、赤泥、粉煤灰等为主要原料,以有效硅(SiO_2)为主要标明量的各种肥料。

3.2 外观

灰白色或暗灰色粉末。

3.3 硅肥的要求应符合表1的规定。

表1 硅肥的要求

项 目	合格品指标
有效硅(以 SiO_2 计)含量, %	≥ 20.0
水分含量, %	≤ 3.0
细度(通过 $250\mu\text{m}$ 标准筛), %	≥ 80

注:硅肥还应符合国家标准“GB/T 肥料中砷、镉、铅、铬、汞限量”。

4 试验方法

4.1 有效硅含量的测定——重量法(仲裁法)

4.1.1 原理

试样经盐酸溶液 $[c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}]$ 提取,浸提液经过滤,在硼酸存在下加盐酸蒸干,硅酸由此脱水为二氧化硅,再加入动物胶使二氧化硅凝聚,经过滤、洗涤、灼烧,称量。用氢氟酸处理,使二氧化硅呈四氟化硅挥发除去,称量。根据氢氟酸处理前后质量之差,计算出有效二氧化硅含量。

4.1.2 试剂和溶液

除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 2843—1997 规定制备。

安全提示:试验中所用的试剂盐酸、硝酸、氢氟酸具有腐蚀性,操作时应小心。如溅在皮肤上,立即用大量水冲洗,严重者应立即治疗。

4.1.2.1 氢氟酸。

4.1.2.2 盐酸。

4.1.2.3 盐酸溶液: $[c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}]$ 。

按 HG/T 2843—1997 中 5.2.1 条配制。

4.1.2.4 盐酸溶液:1+19。

4.1.2.5 硫酸溶液:1+1。

4.1.2.6 盐酸饱和硼酸溶液:盐酸(4.1.2.2)加固体硼酸至饱和。

4.1.2.7 动物胶溶液:20 g/L。

称取 2.0 g 动物胶于加热至近沸的 100 mL 水中,继续加热溶解完全至溶液呈透明状。

4.1.2.8 硝酸银溶液:10 g/L。

4.1.3 仪器和设备

4.1.3.1 一般实验室仪器和设备。

4.1.3.2 水平往复恒温振荡机或 30 r/min~35 r/min 上下旋转式振荡器。

4.1.3.3 恒温水浴锅。

4.1.3.4 蒸发皿:250 mL。

4.1.3.5 铂坩埚:30 mL~40 mL。

4.1.3.6 马福炉:控温范围应达到 950 °C~1 000 °C。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试样溶液的制备

称取约 1 g 实验室样品(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 干燥的具塞锥形瓶或容量瓶中,准确加入 150 mL 预先加热至 28 °C~30 °C 的盐酸溶液(4.1.2.3),塞紧瓶塞,进行振荡:

若使用水平往复式振荡机,选择振荡频率 180 r/min、振荡温度 25 °C~30 °C,振荡 80 min。

若使用 30 r/min~35 r/min 上下旋转式振荡器,保持溶液温度 28 °C~30 °C,振荡 1 h。

振荡结束后,立即用干燥漏斗和快速滤纸过滤,弃去最初几毫升滤液。

4.1.4.2 测定

准确吸取 50 mL 滤液于蒸发皿中,加入 40 mL 盐酸饱和硼酸溶液(4.1.2.6),混匀,在水浴上蒸发至近干,向其中加入 40 mL 盐酸(4.1.2.2),20 mL 动物胶溶液(4.1.2.7),并在 70 °C~80 °C 的水浴中保温 30 min 以溶解并凝聚二氧化硅。沉淀用倾泻法,以定量滤纸过滤沉淀,用温热的盐酸溶液(4.1.2.4)洗涤蒸发皿和沉淀各 4 次~6 次,每次用量约 5 mL~10 mL,然后再用热水洗涤蒸发皿和沉淀,每次用约 10 mL 水,洗涤至无氯离子,用硝酸银溶液(4.1.2.8)检验。

将沉淀连同滤纸一并放入铂坩埚中,将铂坩埚置于垫有石棉网的电炉上,小心烘干,灰化完全后,置于干燥器中,在 950 °C 灼烧 1 h。取出稍冷,置于干燥器中冷却 30 min,称量。往铂坩埚中加入数滴水润

湿沉淀,加 2 滴~3 滴硫酸溶液(4.1.2.5),3 mL~5 mL 氢氟酸(4.1.2.2),将铂坩埚置于垫有石棉网的电炉上缓缓加热至硫酸冒白烟,再继续加热蒸发至近干。取下铂坩埚冷却至室温,再加入 5 mL 氢氟酸(4.1.2.5),继续加热至冒尽三氧化硫白烟,移入马福炉中,在 950 ℃灼烧 1 h。取出稍冷,置于干燥器中冷却 30 min,称量。

4.1.4.3 空白试验

在测定的同时,除不加试样外,按 4.1.4.1 条和 4.1.4.2 条完全相同的分析步骤、试剂和用量进行平行操作。

4.1.5 分析结果的表述

有效硅含量(SiO_2)以质量百分数 $W(\text{SiO}_2)$ 表示,按式(1)计算:

$$W = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m \times 50 \div 150} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——氢氟酸处理前沉淀与铂坩埚的质量,单位为克(g);
- m_2 ——氢氟酸处理后沉淀与铂坩埚的质量,单位为克(g);
- m_3 ——空白试验氢氟酸处理前沉淀与铂坩埚的质量,单位为克(g);
- m_4 ——空白试验氢氟酸处理后沉淀与铂坩埚的质量,单位为克(g);
- m ——试样质量(g)。

所得结果应表示至两位小数。

4.1.6 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 0.40 %。

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.60 %。

4.2 有效硅含量的测定——氟硅酸钾容量法

4.2.1 适应范围

本方法适用于测定有效二氧化硅含量在 30 mg~50 mg 范围内的溶液。

4.2.2 方法提要

试样经盐酸溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}$] 提取,提取的有效硅在硝酸溶液介质中与氟化钾生成氟硅酸钾沉淀,经过滤洗涤,除去游离酸,用沸水水解沉淀生成氢氟酸,用氢氧化钠标准滴定溶液。因生成的正硅酸离解度很小,不以酸的形式参与滴定,根据消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,即可求出有效二氧化硅含量。

4.2.3 试样溶液的制备

按 4.1.4.1 条制备试样溶液。

4.2.4 测定

按照 HG 2557—1994 中 4.5.5.2 进行。

4.3 水分的测定

按照 HG 2557—1994 中 4.3 的规定进行。

4.4 细度的测定

按照 HG 2557—1994 中 4.7 及 GB/T 6003.1—1997 的规定进行。

5 检验规则

5.1 本标准中质量指标合格与否的判断,采用 GB/T 1250—1989 中规定的“修约值比较法”。

5.2 硅肥按批检验,每批的重量规定不超过 300 t。用户把附有同一质量证明书的产品作为一批。

5.3 硅肥出厂前应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的硅肥都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,其内容包括:生产厂名称及厂址、产品名称、商标、产品等级、产品净重、生产日期(或批号)及本标准编号。

5.4 如果检验结果中有一项指示不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样进行复验,复验结果,即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批硅肥为不合格,不能验收。

5.5 采样按下述方法进行采样。

5.5.1 袋装的硅肥按 GB/T 6678—1986 规定选取采样袋数,如表 2。

表 2 采样袋数

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 512 袋以上时,按式(2)计算采样袋数,如遇小数时,进为整数。

$$\text{采样袋数} = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

N——每批硅肥产品的总袋数。

按表 2 或式(2)计算结果,抽出样品袋数。采样时,用采样针从每袋最长对角线斜插至袋深的 3/4 处,采取不少于 0.1 kg 的样品,每批样品总量不少于 2 kg。

5.5.2 硅肥也可以在包装皮带运输机上按一定的时间间隔采取均匀的样品,每批所取样品总量不得少于 5kg。

5.6 样品缩分

将每批所采取的样品合并在一起,充分混匀,用缩分器或四分法缩分至约 1.0 kg(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,注明:生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样人姓名。一份供检验用,另一份作为保留样品,保留期两个月,以备查验。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议需要仲裁时,按《中华人民共和国产品质量法》有关规定仲裁。仲裁应按本标准规定的试验方法和检验规则进行。

6 包装、标识、贮存与运输

6.1 硅肥用塑料编织袋内衬聚乙烯薄膜袋或复合塑料编织袋包装,包装的技术要求,包装材料应符合 GB 8569—1997 的有关规定,每袋净重 10 kg ± 0.1 kg、25 kg ± 0.25 kg、40 kg ± 0.4 kg 或 50 kg ± 0.5 kg,每批产品平均每袋净重不得低于 10 kg、25 kg、40 kg 或 50 kg。

6.2 硅肥包装袋标识应符合国家标准 GB 18382—2001 肥料标识 内容和要求的要求,包装袋上应标明:商标、产品名称、产品等级、主要养分含量、净含量、本标准编号、生产厂名称、厂址、电话号码

- 6.3 硅肥应贮存在场地平整、干燥通风、阴凉的仓库中,防晒、防雨淋、防受潮、防湿。堆高不宜大于7 m。
- 6.4 硅肥在搬运、运输过程中,均应防晒、防雨淋、防受潮、防湿和防包装袋破损。
-

中华人民共和国
农业行业标准
硅 肥

NY/T 797—2004

* * *

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区麦子店街18号楼)

(邮政编码: 100026 网址: www.ccap.com.cn)

中国农业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

* * *

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 7千字

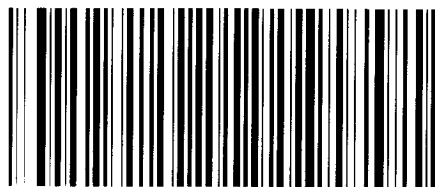
2004年7月第1版 2004年7月北京第1次印刷

书号: 16109·345 印数: 1~2 000册

定价: 8.00元

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 65005894



NY/T 797-2004