



中华人民共和国国家标准

GB/T 8574—2010
代替 GB/T 8574—2002

复混肥料中钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法

Determination of potassium content for compound fertilizers—
Potassium tetraphenylborate gravimetric method

2010-09-26 发布

2011-03-01 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

本标准是复混肥料试验方法系列标准之一,下面列出了这些系列国家标准:

- GB/T 8571—2008《复混肥料 实验室样品制备》;
- GB/T 8572—2010《复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法》;
- GB/T 8573—2010《复混肥料中有效磷含量的测定》;
- GB/T 8574—2010《复混肥料中钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法》;
- GB/T 8576—2010《复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法》;
- GB/T 8577—2010《复混肥料中游离水含量的测定 卡尔·费休法》;
- GB/T 24890—2010《复混肥料中氯离子含量的测定》;
- GB/T 24891—2010《复混肥料粒度的测定》。

本标准中试样溶液的制备参照了 ISO 5317:1983《肥料 水溶性钾含量的测定 试样溶液的制备》。

本标准代替 GB/T 8574—2002《复混肥料中钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法》。

本版与前版的主要差异为:对标准的格式进行了重新编写。

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(SAC/TC 105)归口。

本标准负责起草单位:国家化肥质量监督检验中心(上海)、无锡市太平洋化肥有限公司。

本标准主要起草人:章明洪、周勇明、刘刚、刘赞、袁云。

本标准于 1988 年首次发布,2002 年第一次修订。

复混肥料中钾含量的测定

四苯硼酸钾重量法

1 范围

本标准规定了复混肥料中钾含量的测定。

本标准适用于复混肥料中钾含量的测定。

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 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 原理

在弱碱性溶液中,四苯硼酸钠溶液与试样溶液中的钾离子生成四苯硼酸钾沉淀,将沉淀过滤、干燥及称重。如试样中含有氰氨基化物或有机物时,可先加溴水和活性炭处理。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。

4 试剂和材料

本标准中所用试剂、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;

4.1 四苯硼酸钠溶液:15 g/L;

4.2 乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA)溶液:40 g/L;

4.3 氢氧化钠溶液:400 g/L;

4.4 溴水溶液:约5%(质量分数);

4.5 四苯硼酸钠洗涤液:1.5 g/L;

4.6 酚酞:5 g/L乙醇溶液,溶解0.5 g酚酞于100 mL 95%(质量分数)乙醇中;

4.7 活性炭:应不吸附或不释放钾离子。

5 仪器

5.1 通常实验室用仪器;

5.2 玻璃坩埚式滤器:4号,30 mL;

5.3 干燥箱:能维持 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度。

6 试样溶液的制备

做两份试料的平行测定。

按 GB/T 8571 规定制备实验室样品。

称取含氧化钾约400 mg的试样2 g~5 g(称准至0.000 2 g),置于250 mL锥形瓶中,加约150 mL

水,加热煮沸 30 min,冷却,定量转移到 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。

7 分析步骤

7.1 试液处理

7.1.1 试样不含氰氨基化物或有机物

吸取上述滤液 25.0 mL,置于 200 mL 烧杯中,加 EDTA 溶液 20 mL(含阳离子较多时可加 40 mL),加 2~3 滴酚酞溶液,滴加氢氧化钠溶液至红色出现时,再过量 1 mL,在良好的通风柜内缓慢加热煮沸 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。

7.1.2 试样含有氰氨基化物或有机物

吸取上述滤液 25.0 mL,置入 200 mL~250 mL 烧杯中,加入溴水溶液 5 mL,将该溶液煮沸直至所有溴水完全脱除为止(无溴颜色),若含有其他颜色,将溶液体积蒸发至小于 100 mL,待溶液冷却后,加 0.5 g 活性炭,充分搅拌使之吸附,然后过滤,并洗涤 3~5 次,每次用水约 5 mL,收集全部滤液,加 EDTA 溶液 20 mL(含阳离子较多时加 40 mL),以下步骤同(7.1.1)操作。

7.2 沉淀及过滤

在不断搅拌下,于试样溶液(7.1.1 或 7.1.2)中逐滴加入四苯硼酸钠溶液,加入量为每含 1 mg 氧化钾加四苯硼酸钠溶液 0.5 mL,并过量约 7 mL,继续搅拌 1 min,静置 15 min 以上,用倾滤法将沉淀过滤于 120 °C 下预先恒重的 4 号玻璃坩埚式滤器内,用四苯硼酸钠洗涤液洗涤沉淀 5~7 次,每次用量约 5 mL,最后用水洗涤 2 次,每次用量 5 mL。

7.3 干燥

将盛有沉淀的坩埚置入 120 °C ± 5 °C 干燥箱中,干燥 1.5 h,然后放在干燥器内冷却,称重。

注:坩埚洗涤时,若沉淀不易洗去,可用丙酮进一步清洗。

7.4 空白试验

除不加试样外,分析步骤及试剂用量均与上述步骤相同。

8 分析结果的表述

8.1 分析结果的计算

钾含量 w ,以氧化钾(K_2O)质量分数(%)表示,按式(1)计算:

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

式中:

m_2 ——四苯硼酸钾沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——空白试验时所得四苯硼酸钾沉淀的质量的数值,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 ——试料的质量的数值,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。

8.2 允许差

平行测定和不同实验室测定结果的允许差应符合表 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