



中华人民共和国国家标准

GB/T 20937—2018
代替 GB/T 20937—2007

硫酸钾镁肥

Potassium magnesium of sulphate fertilizer

2018-05-14 发布

2018-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 20937—2007《硫酸钾镁肥》，与 GB/T 20937—2007 相比主要技术变化如下：

——修改了游离水、氯离子、粒度、水不溶物指标(见 4.2, 2007 年版的 4.2)；

——增加了钠离子、砷、镉、铅、铬、汞限量要求(见 4.2)；

——增加氧化钾含量的自动分析仪法(见 5.3.2)；

——增加了钠离子测定方法(见 5.7)；

——修改了水不溶物测定方法(见 5.9)；

——增加了砷、镉、铅、铬、汞测定方法(见 5.12)；

——增加了可用二维码或条形码标注部分产品信息(见 7.4)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会钾肥分技术委员会(SAC/TC 105/SC 4)归口。

本标准起草单位：上海化工研究院有限公司、国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司、青海盐湖工业股份有限公司。

本标准主要起草人：周庆云、雷光元、屈小荣、王石军、杨玉明、徐晨、吴泽培、施蓉、杨一。

本标准首次发布于 2007 年 6 月。

硫酸钾镁肥

1 范围

本标准规定了硫酸钾镁肥的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。
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。
本标准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

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6549 氯化钾
GB/T 6679 固体化工产品采样通则
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB/T 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 18382 肥料标识 内容和要求
GB/T 19203 复混肥料中钙、镁、硫含量的测定
GB/T 22923 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法
GB/T 23349 肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标
GB/T 24890 复混肥料中氯离子含量的测定
GB/T 24891 复混肥料粒度的测定
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
HG/T 4365 水溶性肥料

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

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。

注: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,无可见机械杂质。

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 ₂ O)的质量分数/%	≥ 30.0	24.0	21.0
镁(Mg)的质量分数/%	≥ 7.0	6.0	5.0
硫(S)的质量分数/%	≥ 18.0	16.0	14.0
氯离子(Cl ⁻)的质量分数/%	≤ 2.0	2.5	3.0
钠离子(Na ⁺)的质量分数/%	≤ 0.5	1.0	1.5
游离水(H ₂ O)的质量分数 ^a /%	≤ 1.0	1.5	1.5
水不溶物的质量分数/%	≤ 1.0	1.0	1.5
pH	7.0~9.0		
粒度(1.00 mm~4.75 mm) ^b /%	≥ 90		
砷及其化合物的质量分数(以 As 计)/%	≤ 0.005 0		
铬及其化合物的质量分数(以 Cr 计)/%	≤ 0.001 0		
铅及其化合物的质量分数(以 Pb 计)/%	≤ 0.020 0		
镉及其化合物的质量分数(以 Cd 计)/%	≤ 0.050 0		
汞及其化合物的质量分数(以 Hg 计)/%	≤ 0.000 5		
^a 游离水(H ₂ O)的质量分数仅在生产企业检验和生产领域质量抽查检验时进行判定。			
^b 粉状产品粒度不做要求。粒状产品的粒度也可按供需双方合同约定执行。			

5 试验方法

5.1 一般规定

本标准中所使用的水,在未说明规格时,其 pH 范围和电导率应符合 GB/T 6682 中的三级水规格;本标准中所用的试剂,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂;本标准中所用的标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液,在未说明配制方法时,均按 HG/T 2843 配制。

除外观和粒度外,均做两份试料的平行测定。

5.2 外观

目测。

5.3 氧化钾含量

5.3.1 四苯硼钾重量法(仲裁法)

5.3.1.1 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、干燥后称量。

5.3.1.2 试剂和材料

5.3.1.2.1 氢氧化钠溶液:200 g/L。

- 5.3.1.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:40 g/L。
- 5.3.1.2.3 四苯硼酸钠溶液:15 g/L。
- 5.3.1.2.4 四苯硼酸钠洗涤液:1.5 g/L。
- 5.3.1.2.5 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。

5.3.1.3 仪器和设备

- 5.3.1.3.1 通常实验室用仪器。
- 5.3.1.3.2 玻璃坩埚式滤器:4 号,孔径 4 μm~16 μm,30 mL。
- 5.3.1.3.3 电热恒温干燥箱:可控制温度在(120±5)℃。

5.3.1.4 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 锥形瓶中,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,定量转移至 250 mL 容量瓶中,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 次~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。

5.3.1.5 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。

5.3.1.6 分析结果的表述

氧化钾(K₂O)含量 w_1 ,数值以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

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

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。

5.3.1.7 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%。

5.3.2 氮磷钾自动分析仪法

按 GB/T 22923 进行。



5.4 镁含量

按 GB/T 19203 进行,选用铬黑 T 指示剂。

5.5 硫含量

按 GB/T 19203 进行。

5.6 氯离子含量——佛尔哈德法

按 GB/T 24890 进行,其中的称样量为 6 g~8 g。

5.7 钠离子含量——火焰发射分光光度法

按 GB/T 6549 进行。

5.8 游离水含量

5.8.1 卡尔·费休法(仲裁法)

按 GB/T 8577 的规定进行。

5.8.2 真空烘箱法

按 GB/T 8576 的规定进行。

5.9 水不溶物的测定

按 HG/T 4365 进行。

5.10 pH

5.10.1 原理

试样用水溶解,用酸度计测定。

5.10.2 试剂和溶液

5.10.2.1 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 为 6.86。

5.10.2.2 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 为 9.18。

5.10.3 仪器

5.10.3.1 通常实验室用仪器。

5.10.3.2 酸度计:灵敏度为 0.01 pH 单位。

5.10.4 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。

5.10.5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 pH 单位。

5.10.6 分析结果的表述

试样的酸碱度以 pH 表示。

5.11 粒度

按 GB/T 24891 进行,选用孔径为 1.00 mm 和 4.75 mm 的试验筛。

5.12 砷、镉、铅、铬、汞生态指标

按 GB/T 23349 进行。

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验。型式检验包括第 4 章的全部项目,表 1 中除砷、镉、铅、铬、汞及其化合物以外的项目为出厂检验项目。游离水以生产企业的出厂检验数据为准。在有下列情况之一时进行型式检验:

- 新产品或者产品转厂生产的试制定型鉴定时;
- 正式生产后,如原材料、工艺有较大改变,可能影响产品质量指标时;
- 长期停产后恢复生产时;
- 正常生产,按周期进行型式检验,每六个月至少检验一次;
- 国家质量监督机构或客户提出进行型式检验要求时。

6.2 组批

产品按批检验,以 1 d 或 2 d 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(2)计算结果确定采样袋数,计算结果如果遇到小数,则进为整数。

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		

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

n ——最小采样袋数；

N ——每批产品总袋数。

按表 2 或式(2)计算结果,随机抽取一定量袋数,用采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 的样品,总的采样量不少于 2 kg。

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、批号或生产日期、采样日期和采样人姓名,一瓶供产品质量检验用,另一瓶保存两个月,供复验用。

6.4.2 试样制备

由 6.4.1 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 孔径试验筛,混合均匀,置于洁净、干燥的样品瓶中密封,供成分分析用。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 8170 中的“修约值比较法”。

6.5.2 生产企业检验和生产领域质量抽查检验时,检验项目全部符合本标准要求时,判该批产品合格;其他情况下,除“游离水的质量分数”外的检验项目全部符合本标准要求时,判该批产品合格。

6.5.3 出厂检验时,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 2 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和本标准编号。

7 标识

7.1 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、硫含量分别标注,不应将氧化钾含量与镁、硫含量相加作为总养分标注。

7.2 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。

7.3 每袋净含量应标明单一数值,如 50 kg。

7.4 可使用易于识别的二维码或条形码标注部分产品信息。包装容器背面宜标出使用(施用)说明。

7.5 其余应符合 GB 18382 的规定。

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/T 8569 对复混肥料产品的规定执行。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,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。也可采用供需双方合同约定的其他包装规格。

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。

