



中华人民共和国国家标准

GB/T 37918—2019

肥料级氯化钾

Fertilizer grade potassium chloride

2019-08-30 发布

2020-03-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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(SAC/TC 105)归口。

本标准起草单位:上海化工研究院有限公司、青海盐湖工业股份有限公司、美盛农资(北京)有限公司、上海化工院检测有限公司。

本标准主要起草人:商照聪、谢康民、任瑞娴、章志涛、王石军、黄河清、田红斌、屈小荣、何源、吴昊。

肥料级氯化钾

1 范围

本标准规定了肥料级氯化钾的术语和定义、产品分类、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本标准适用于由各类含钾卤水和含钾盐矿按各种工艺生产的肥料级氯化钾产品。

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 2440—2017 尿素
- 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 10454 集装袋
- GB 18382 肥料标识 内容和要求
- GB/T 24891 复混肥料粒度的测定
- 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
- NY/T 1973 水溶肥料 水不溶物含量和 pH 值的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

平均主导粒径 size guide number;SGN

经过筛分后，质量分数 50% 以上的物料所在两个试验筛之间的平均粒径，反映物料主导粒径的大小。

注：不同肥料颗粒的 SGN 值一般在 280~340 之间比较合适。

3.2

均匀度指数 uniformity index;UI

反映物料粒径均匀程度的指数，数值越大，均匀性越好。

注：UI 值至少 40 才可以接受；不同物料掺混时，UI 值差别不宜超过 15%。

4 产品分类

产品分为粉末结晶状和颗粒状两类，每类分为Ⅰ型、Ⅱ型、Ⅲ型。

5 要求

5.1 外观:白色或灰色或红色或褐色,粉末结晶状或颗粒状,无肉眼可见机械杂质。

5.2 肥料级氯化钾产品应符合表 1 要求,同时应符合标明值。

表 1 肥料级氯化钾的要求

项目 ^a			粉末结晶状			颗粒状		
			I 型	Ⅱ 型	Ⅲ 型	I 型	Ⅱ 型	Ⅲ 型
氧化钾(K ₂ O)的质量分数/% ≥			62.0	60.0	57.0	62.0	60.0	57.0
水分(H ₂ O)的质量分数/% ≤			1.0	2.0	2.0	0.3	0.5	1.0
氯化钠(NaCl)的质量分数/% ≤			1.0	3.0	4.0	1.0	3.0	4.0
水不溶物的质量分数/% ≤			0.5	0.5	1.5	0.5	0.5	1.5
粒度 ^{b,c} /%	1.00 mm~4.75 mm ≥	—				90		
	2.00 mm~4.00 mm ≥	—				70		
颗粒平均抗压碎力/N ≥			—				25.0	
^a 除水分外,各组分质量分数均以干基计。								
^b 只需符合两档中任意一档即可。颗粒状产品的粒度,也可执行供需双方合同约定的指标。								
^c 颗粒状产品若用作掺混肥料(BB 肥)生产的原料,可根据供需协议选择标注平均主导粒径(SGN)和均匀度指数(UI),计算方法 见 GB/T 2440—2017 附录 A。								

6 试验方法

6.1 一般规定

本标准中所使用的水,在未说明规格时,应符合 HG/T 2843 的规定;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。

氧化钾、水分、氯化钠、水不溶物均做两份试料的平行测定。

6.2 外观

目视法。

6.3 氧化钾

6.3.1 四苯硼酸钾重量法(仲裁法)

6.3.1.1 方法提要

试料用水溶解后,在碱性条件下加热消除铵离子的干扰,加入乙二胺四乙酸二钠消除干扰分析结果的其他微量阳离子。钾与四苯硼钠反应生成四苯硼酸钾沉淀,过滤、干燥后称重。

6.3.1.2 试剂和溶液

6.3.1.2.1 氢氧化钠溶液,200 g/L。

6.3.1.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液,40 g/L。

6.3.1.2.3 四苯硼钠溶液,30 g/L。称取 30 g 四苯硼钠 $[\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]$,溶于 980 mL 水中,加 4 mL 氢氧化钠溶液,20 mL 氯化镁溶液(100 g/L $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),搅拌 15 min,使用前过滤。

6.3.1.2.4 四苯硼钠洗涤液,1 g/L。用 30 g/L 四苯硼钠溶液的滤液按 1+30 配制。

6.3.1.2.5 酚酞指示液,5 g/L。称取 0.5 g 酚酞,溶于乙醇(95%)中,用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

6.3.1.3 仪器

6.3.1.3.1 通常实验室用仪器。

6.3.1.3.2 玻璃坩埚式过滤器,4 号,25 mL 或 30 mL。

6.3.1.3.3 电热恒温干燥箱,能控制温度在 $120\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 范围。

6.3.1.4 分析步骤

6.3.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 试料,精确至 0.001 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,在不断搅拌下加热,微沸 5 min,取下,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为 A。

干过滤溶液 A,弃去最初少量滤液,移取 25.0 mL 滤液于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为溶液 B。

6.3.1.4.2 测定

移取 50.0 mL 溶液 B 于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL EDTA 溶液,2~3 滴酚酞指示液,在搅拌下逐滴加入氢氧化钠溶液至红色出现并过量 1 mL。加热微沸 5 min,溶液保持红色,体积保持 50 mL 左右。

取下烧杯,用少许水冲洗杯壁。在不断搅拌下,缓慢滴加 12 mL 四苯硼钠溶液,继续搅拌 1 min,在流水中迅速冷却至室温,放置 10 min。

用预先在 $120\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的玻璃坩埚式过滤器抽滤。先抽滤上层清液,用四苯硼钠洗涤液以倾斜法洗涤沉淀 4~5 次并转移沉淀至玻璃坩埚式过滤器中,直至转移完全,继续用四苯硼钠洗涤液洗涤玻璃坩埚式过滤器中的沉淀 3~4 次,每次用四苯硼钠洗涤液约 5 mL。最后用水洗涤沉淀两次,每次用水约 5 mL。

将盛有沉淀的玻璃坩埚式过滤器置于电热恒温干燥箱中,在 $120\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 90 min。取出,移入干燥器内冷却至室温,称量。

6.3.1.4.3 空白试验

在测定的同时,除不加试料外,按相同的操作步骤、相同试剂、溶液和用量,进行平行操作。

6.3.1.5 分析结果的表述

氧化钾(K_2O)含量 w_1 ,数值以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1314}{m_3 \times 25/500 \times 50/250} \times 100 \times \frac{100}{100 - w_3} = \frac{(m_1 - m_2) \times 1314}{m_3} \times \frac{100}{100 - w_3} \dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——试料测定时,四苯硼酸钾沉淀的质量,单位为克(g);

m_2 ——空白试验时,四苯硼酸钾沉淀的质量,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_3 ——试料的质量,单位为克(g);

25/500 ——第一次分取倍数；

50/250 ——第二次分取倍数；

w_3 ——试料水分的质量分数，%。

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为测定结果。

6.3.1.6 允许差

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.38%，不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.80%。

6.3.2 温度滴定法

6.3.2.1 方法提要

四苯硼钠与钾离子生成四苯硼酸钾沉淀是明显的放热化学反应，四苯硼钠溶液以固定速度加到反应杯中，高灵敏的温度探头可以测到化学反应放热造成的温度升高，在滴定终点放热曲线会有明显的折点，通过计算放热曲线的二阶导数顶点值得滴定终点的体积。

6.3.2.2 试剂和材料

6.3.2.2.1 氯化钾溶液，0.20 mol/L。用氯化钾基准试剂配制。

6.3.2.2.2 氢氧化钠溶液，10 mol/L。

6.3.2.2.3 氯化镁溶液，100 g/L。

6.3.2.2.4 四苯硼钠标准溶液，0.2 mol/L。

称取 70 g 四苯硼钠溶解于约 800 mL 水中，加入 7.3 mL 饱和氢氧化钠溶液和 91.3 mL 氯化镁溶液（6.3.2.2.3），搅拌 15 min，静置后用定量滤纸过滤并定容至 1 L；该溶液贮存在棕色瓶或塑料瓶中，一般不超过 1 个月。如发现浑浊，使用前应过滤。

6.3.2.3 仪器

6.3.2.3.1 通常实验室用仪器。

6.3.2.3.2 温度滴定仪。

6.3.2.3.3 温度电极，分辨率为 10^{-5}°C 。

6.3.2.3.4 加液单元，10 mL 或 20 mL。

6.3.2.3.5 无死体积加液驱动器。

6.3.2.3.6 螺旋搅拌器。

6.3.2.4 分析步骤

6.3.2.4.1 四苯硼钠标准溶液的标定

分别移取 1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL 氯化钾溶液（6.3.2.2.1），加入 2 mL 氢氧化钠溶液，加水至约 40 mL，用未知准确浓度的四苯硼钠标准溶液（6.3.2.2.4）滴定至终点。

用所取 5 个氯化钾溶液的物质的量（X 轴）对四苯硼钠标准溶液消耗体积（mL）（Y 轴）做线性回归，并绘图。绘制方程 $y = ax + b$ 的曲线，四苯硼钠标准溶液的物质的量浓度 c 为“ $1/a$ ”。

6.3.2.4.2 空白体积的测定

称取约 2.0 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 100 mL 烧杯中，加入 50 mL 水溶解，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀后干过滤，弃除最初几毫升滤液，滤液待测。

分别移取 5.0 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL、25.0 mL 滤液，加入 2 mL 氢氧化钠溶液，加水至约

40 mL,用经标定后的四苯硼钠标准溶液滴定至终点。

用所取 5 个分析样的体积(mL)(X 轴)对四苯硼钠标准溶液消耗体积(mL)(Y 轴)做线性回归,并绘图。绘制方程 $y=a_1x+b_1$ 的曲线,截距“ b_1 ”为空白值。

6.3.2.4.3 试样溶液的滴定

移取 10.0 mL 待测滤液,加入 2 mL 氢氧化钠溶液,加水至约 40 mL,用经标定后的四苯硼钠标准溶液滴定至终点。

6.3.2.5 分析结果的表示

氧化钾(K_2O)的含量 w_2 ,数值以质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{cM(V_1 - V_0) \times 0.5}{2m_4V} \times 100 \times \frac{100}{100 - w_3} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- c ——四苯硼钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升 (mol/L);
- M ——氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M=94.196$);
- V_1 ——试料滴定终点的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白体积(截距 b_1),单位为毫升(mL);
- 0.5 ——试样溶液的定容体积,单位为升(L);
- 2 ——氧化钾分子中所含钾原子的个数;
- m_4 ——试料的质量,单位为克(g);
- V ——移取待分析样品的体积,单位为毫升(mL);
- w_3 ——试料水分的质量分数,%。

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。

6.3.2.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.38%;不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.80%。

6.4 水分

6.4.1 方法提要

试料在 105 °C ± 2 °C 的电热恒温干燥箱内干燥,减少的质量即为水分含量。

6.4.2 仪器

- 6.4.2.1 通用实验室仪器。
- 6.4.2.2 称量瓶,带磨口玻璃盖,扁形,直径约 60 mm,高约 30 mm。
- 6.4.2.3 电热恒温干燥箱,能控制温度在 105 °C ± 2 °C 范围。
- 6.4.2.4 干燥器。

6.4.3 分析步骤

称取约 5 g 试料,精确至 0.001 g,置于预先在 105 °C ± 2 °C 干燥至恒重的称量瓶中,轻轻摇动称量瓶,使试料均匀地平铺在称量瓶中,打开称量瓶盖,瓶盖倾斜放置于瓶口,一并置于 105 °C ± 2 °C 电热恒温干燥箱中干燥 120 min。取出称量瓶,盖上瓶盖,移入干燥器内冷却至室温,称量。

6.4.4 分析结果的表述

水分(H_2O)含量 w_3 ,数值以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_5 - m_6}{m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_5 ——称量瓶和试料干燥前的质量，单位为克(g)；

m_6 ——称量瓶和试料干燥后的质量，单位为克(g)；

m_7 ——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为最终测定结果。

6.4.5 允许差

水分小于或等于 4.00% 时，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.20%；水分大于 4.00% 时，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.30%。

6.5 氯化钠 火焰发射分光光度法

6.5.1 方法提要

试料用水溶解，用火焰激发钠原子，所产生的 589 nm 谱线强度与标准液发射的强度相对比，求出氯化钠的含量。本方法中所用的水应符合 GB/T 6682 中二级水的规格。

6.5.2 试剂和溶液

6.5.2.1 氯化钾溶液：90 mg/mL。

6.5.2.2 钠标准溶液：1.0 mg/mL。称取预先在 400 °C 干燥的 2.542 1 g 氯化钠(基准试剂)，溶解于水中，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液钠(Na)质量浓度 1.00 mg/mL。

6.5.3 仪器

6.5.3.1 通常实验室用仪器。

6.5.3.2 火焰分光光度仪。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 试验溶液的制备

称取约 1 g 试料，精确至 0.000 1 g，置于 250 mL 烧杯中，加入约 50 mL 水，在不断搅拌下加热，微沸 5 min，取下，冷却至室温，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.5.4.2 光度测量

6.5.4.2.1 初步测量

干过滤试验溶液，弃去最初少量滤液。移取约 50 mL 滤液于 50 mL 烧杯中，按火焰分光光度仪的使用说明操作测量钠谱线的辐射强度。由工作曲线查出试验溶液中钠的近似含量。

6.5.4.2.2 工作曲线的绘制

移取 0.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL、25.0 mL 钠标准溶液，分别注入一组 500 mL 容量瓶中，各加入 10.0 mL 氯化钾溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此系列含钠 0.0 mg、5.0 mg、10.0 mg、15.0 mg、20.0 mg、25.0 mg。分别移取约 50 mL 溶液于 50 mL 烧杯中，按火焰分光光度仪的使用说明操作测量钠谱线的辐射强度。以钠的浓度为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

6.5.4.2.3 精确测量 插入法

根据初步测量试验溶液中钠的含量,配制 2 个浓度相近的钠标准溶液,使试验溶液中钠的含量正好位于中间,然后按火焰分光光度仪的规定操作测量钠谱线的辐射强度。

注:除了插入法外,可以根据仪器的功能,采用不同的测定方法。

6.5.5 分析结果的表述

6.5.5.1 钠(Na)的质量 m_8 ,数值以毫克(mg)表示,按式(4)计算:

$$m_8 = m_9 + (m_{10} - m_9) \frac{E_0 - E_1}{E_2 - E_1} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- m_9 ——低浓度标准溶液中钠的质量,单位为毫克(mg);
- m_{10} ——高浓度标准溶液中钠的质量,单位为毫克(mg);
- E_0 ——试验溶液的测量值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- E_1 ——低浓度标准溶液的测量值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- E_2 ——高浓度标准溶液的测量值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)。

6.5.5.2 氯化钠(NaCl)含量 w_4 ,数值以质量分数(%)表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_8 \times 2.542 \times 10^{-3}}{m_{11}} \times 100 \times \frac{100}{100 - w_3} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- m_8 ——钠的质量,单位为毫克(mg);
- 2.542 1 ——钠的质量换算为氯化钠质量的系数;
- m_{11} ——试料的质量,单位为克(g);
- w_3 ——试料中水分的质量分数, %。

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为测定结果。

6.5.6 允许差

当氯化钠含量小于或等于 2.00%时,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.10%;氯化钠含量大于 2.00%时,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.20%。

6.6 水不溶物

按 NY/T 1973 进行。测定时实验室环境温度应在 20℃±10℃范围内。试料加水搅拌 3 min 后,在室温下静置的时间为 15 min±3 min。

6.7 粒度

按 GB/T 24891 的规定进行。选用孔径为 1.00 mm 和 4.75 mm、或 2.00 mm 和 4.00 mm 的试验筛。

6.8 颗粒平均抗压碎力

6.8.1 方法提要

使用颗粒抗压碎力测定仪,测定一定数量颗粒的颗粒抗压碎力,计算平均值。

6.8.2 仪器

6.8.2.1 颗粒抗压碎力测定仪:量程 0.0 N~100.0 N。

6.8.2.2 镊子。

6.8.3 分析步骤

测定时,实验室相对湿度应小于 70%。任意选取处于 2.00 mm~4.00 mm 或 2.00 mm~4.75 mm 孔径筛间 30 颗试样,用颗粒抗压碎力测定仪逐个测定颗粒的抗压碎力。

6.8.4 分析结果表述

颗粒平均抗压碎力(F),数值以牛顿(N)表示,按式(6)计算:

$$F = \frac{\sum_{i=1}^{30} F_i}{30} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

F_i ——每个颗粒的抗压碎力,单位为牛顿(N)。

计算结果表示至小数点后一位。

7 检验规则

7.1 检验类别及检验项目

产品检验分为出厂检验和型式检验,型式检验项目包括第 5 章的全部项目,表 1 中除氯化钠、水不溶物以外的项目为出厂检验项目。在有下列情况之一时进行型式检验:

- 新产品设计定型鉴定及批试生产定型鉴定;
- 正式生产后,如结构、材料、工艺有较大改变,可能影响产品质量指标时;
- 正常生产时,按周期进行型式检验,每 6 个月至少检验 1 次;
- 产品长期停产后,恢复生产时;
- 产品质量监督机构提出型式检验要求时。

7.2 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 600 t。

7.3 采样方案

7.3.1 袋装产品

不超过 512 袋时,按表 2 确定最少采样袋数;超过 512 袋时,按式(7)计算结果确定最少采样袋数,计算结果如果遇到小数,则进为整数。

表 2 最少采样袋数的确定

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		

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (7)$$

式中：
n ——最少采样袋数；
N ——每批产品的总袋数。

按表 2 或式(7)计算结果,随机抽取采样袋数,用采样器从每袋最长对角线插入取样器至袋 3/4 处采取不少于 100 g 样品,每批采取样品量不得少于 2 kg。

7.3.2 散装产品

按 GB/T 6679 的规定进行。

7.4 样品缩分

将采取的样品迅速混匀,用缩分器或四分法缩分至 1 kg 左右,再缩分成 2 份,等量分装于 2 个清洁、干燥的磨口瓶或塑料瓶(袋)中,密封并贴上标签,注明生产企业名称、产品名称、产品类型、批号、采样日期及采样者姓名。一瓶(袋)供产品质量检验用,另一瓶(袋)保存两个月,以备查用。

7.5 试样制备

由 7.4 中取出一瓶(袋)样品,经多次缩分后,取出约 100 g 样品,迅速研磨至全部通过 1.00 mm 筛,混匀,置于洁净、干燥的瓶(袋)中,密封,做成分的分析。余下实验室样品供粒状产品的粒度和颗粒平均抗压碎力测定。

7.6 结果判断

- 7.6.1 产品质量指标合格判定,采用 GB/T 8170 中“修约值比较法”。
- 7.6.2 检验项目的检验结果全部符合本标准要求时,判该批产品合格。
- 7.6.3 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,判该批产品不合格。
- 7.6.4 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、产品类别型号、批号或生产日期、主要指标和本标准编号和法律法规要求标注的内容。

8 标识

产品包装袋上应标明:产品类型、氧化钾含量(干基)和水分含量,可以用易于识别的二维码或条形码标注部分产品信息,每袋净含量应标明单一数值,如 50 kg。其余应符合 GB 18382 的规定。

9 包装、运输和贮存

- 9.1 产品应使用塑料编织袋内衬聚乙烯薄膜袋或复合塑料编织袋(塑料编织布/膜)包装,按 GB/T 8569 执行。每袋净含量(50±0.5)kg,每批产品平均每袋净含量不低于 50.0 kg。当用户对每袋净含量有特殊要求时,可由供需双方协商解决,以双方合同规定为准。吨包装按 GB/T 10454 执行。
- 9.2 在符合 GB/T 8569 规定的前提下,宜使用经济实用型包装。
- 9.3 产品应贮存于阴凉干燥处,在运输过程中应防潮、防晒、防破损。