

ICS 65.080  
G 20



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 17767.3—1999

---

## 有机-无机复混肥料中总钾含量的测定

**Determination of total potassium content  
for organic-inorganic compound fertilizer**

1999-06-08 发布

1999-12-01 实施

---

国家质量技术监督局 发布

## 前 言

本标准非等效采用美国公职分析家协会分析方法手册(AOAC)(1984)和日本肥料分析方法(1982)中,以硝酸-高氯酸分解法制备试样溶液;非等效采用前苏联国家标准 ГОСТ 26718:1985 中,以硫酸-过氧化氢分解法制备试样溶液,以火焰光度法测定有机-无机复混肥料中钾含量( $K_2O$ )小于 2%的总钾含量;非等效采用 ISO 5318:1983《肥料—钾含量测定—四苯硼钾重量法》测定有机-无机复混肥料中钾含量( $K_2O$ )大于等于 2%的总钾含量。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会归口。

本标准由上海化工研究院负责起草。

本标准主要起草人:章明洪、张小沁。

本标准是首次发布。

**Determination of total potassium content  
for organic-inorganic compound fertilizer**

## 1 范围

本标准规定了有机-无机复混肥料中总钾含量的测定方法。

本标准适用于由有机肥与化学肥料组成的有机-无机复混肥料,也适用于各种纯有机肥料的总钾含量的测定。

## 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中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 8571—1988 复混肥料 实验室样品制备(neq ISO/DIS 7742.2)

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 试剂

本标准所用试剂、水及溶液的配制,在未注明规格和配制方法时应符合 HG/T 2843 之规定。

3.1 硫酸。

3.2 过氧化氢。

3.3 硝酸。

3.4 高氯酸。

3.5 四苯硼钠沉淀剂,15 g/L 溶液,按 HG/T 2843—1997 中 7.10.1 配制。该溶液贮存在棕色瓶或塑料瓶中,一般不超过一个月期限,如发现浑浊,使用前应过滤。

3.6 四苯硼钠洗涤液:用十体积的水稀释一体积的四苯硼钠沉淀剂(3.5)。

3.7 乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA)溶液:40 g/L。

3.8 甲醛溶液:约 30%或 37%(m/m)。

3.9 氢氧化钠溶液:400 g/L。

3.10 酚酞:5 g/L 乙醇溶液,溶解 0.5 g 酚酞于 100 mL 95%(V/V)乙醇中。

3.11 氧化钾标准贮备溶液:1.00 mg/mL

称取 1.5828 g 经 110℃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。

3.12 氧化钾标准溶液:100 μg/mL

吸取 25.0 mL 氧化钾标准贮备溶液(3.11)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 μg。

## 4 仪器、设备

通常实验室仪器和:

- 4.1 玻璃坩埚式滤器:4号,容积30 mL。
- 4.2 干燥箱:温度可控制在 $120^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 范围内。
- 4.3 火焰光度计。

## 5 试样溶液制备

按GB/T 8571规定制备实验室样品。

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 $2\% \leq \text{K}_2\text{O} < 5\%$ 时称取4 g试样, $\text{K}_2\text{O} \geq 5\%$ 时称取2 g试样,精确到0.0001 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(3.3),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,用干燥滤纸过滤,弃去最初50 mL滤液。

### 5.2 硫酸-过氧化氢消煮法

将试样置于500 mL锥形瓶中,加入20 mL浓硫酸(3.1),3~5 mL过氧化氢(3.2),小心摇匀,静放12~15 h,然后再加入3~5 mL过氧化氢(3.2),插上梨形漏斗,在通风橱内用1500 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(3.2),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,用干燥滤纸过滤,弃去最初50 mL滤液。

## 6 分析步骤

### 6.1 四苯硼钾重量法

当试样中含氧化钾大于等于 $2\%(m/m)$ 时,采用本方法。

#### 6.1.1 方法提要

在弱碱性介质中,以四苯硼钠沉淀试样溶液中的钾离子。为了防止铵离子及其他阳离子干扰,可预先加入适量的甲醛溶液和乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA),使铵离子与甲醛反应生成六亚甲基四胺,其他阳离子与乙二胺四乙酸二钠生成稳定的配位化合物。将沉淀过滤、干燥及称量。

#### 6.1.2 试液处理

吸取上述滤液(第5章)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(3.10),滴加氢氧化钠溶液(3.9)至红色出现时,再过量5滴,加甲醛溶液(3.8)(按1 mg氮加约60 mg甲醛计算,即37%甲醛溶液加0.15 mL),若红色消失,用氢氧化钠溶液(3.9)调至红色,在良好的通风橱内加热煮沸15 min,冷却。

#### 6.1.3 沉淀及过滤

在不断搅拌下,于试样溶液(6.1.2)中逐滴加入四苯硼钠沉淀剂(3.5),加入量为每含1 mg氧化钾加四苯硼钠溶液(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 $120^{\circ}\text{C}$ 下预先恒重的滤器(4.1)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。

6.1.5 空白试验

除不加试样外,测定及试剂用量均与上述步骤相同。

6.1.6 分析结果的表述

总钾含量(以  $K_2O$  计)的质量百分数( $X$ )按式(1)计算:

$$X = \frac{[(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)] \times 0.1314}{m_0 \times \frac{25}{250}} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

- 式中:  $m_0$ ——试料质量, g;
- $m_1$ ——坩埚质量, g;
- $m_2$ ——盛有沉淀的坩埚质量, g;
- $m_3$ ——空白试验的坩埚质量, g;
- $m_4$ ——空白试验过滤后的坩埚质量, g;

0.1314——四苯硼钾质量换算为氧化钾质量的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

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

钾含量( $K_2O$ ), %	平行测定允许差值, %	不同实验室测定允许差值, %
<10	0.20	0.40
10~20	0.30	0.60
>20	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 方法提要

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

除不加试样外,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(3.12)0、2.50、5.00、10.00、15.00、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、5.00、10.00、20.00、30.00、40.00  $\mu g$  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标准溶液调节满度至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作适当调整。

6.2.4 测定

吸取一定量的试样溶液(约含0.5~2 mg $K_2O$ )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(以  $K_2O$  计)的质量百分数( $X$ )按式(2)计算:

$$X = \frac{\rho \cdot D \times 50}{m} \times 10^{-6} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中： $\rho$ ——由标准曲线查得的试样溶液中氧化钾质量浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

$D$ ——分取倍数，定容体积/分取体积；

$m$ ——试样质量， $\text{g}$ ；

$10^{-6}$ ——由 $\mu\text{g}$ 换算为 $\text{g}$ 的因数。

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( $\text{K}_2\text{O}$ ), %	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	0.07	0.14
>1~2	0.10	0.20