



中华人民共和国国家标准

GB/T 20784—XXXX
代替 GB/T 20784—2018

农业用硝酸钾

Potassium nitrate for agricultural use

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(送审稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 20784—2018《农业用硝酸钾》，与GB/T 20784—2018相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了范围（见第1章，2018版第1章）；
- 增加了农业用硝酸钾的术语和定义（见3.1）；
- 删除了砷、镉、铅、铬、汞的技术指标要求及检测方法（见2018版表1、4.9）；
- 增加了产品中有毒有害物质的限量要求及检测方法（见4.3，6.9）；
- 更改了要素“采样方案”为“取样”（见第5章，2018版5.3）；
- 增加了农业用硝酸钾取样的规定（见5.1）；
- 增加了钾含量测定的电感耦合等离子体发射光谱法（见6.3.4）；
- 增加了氮含量测定的杜马斯燃烧法（见6.4.4）；
- 增加了氯离子含量测定的自动电位滴定法（见6.5.2）、离子色谱法（见附录D）；
- 更改了要素“标识”为“标识和质量证明书”（见第8章，2018版第6章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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/TC105/SC4）归口。

本文件起草单位：上海化工研究院有限公司、青海盐湖工业股份有限公司、金钾科技有限公司、山东华阳迪尔化工股份有限公司、湖南美奥钾业有限责任公司、中国无机盐工业协会、四川安达农森科技股份有限公司、潍坊圣兴化工有限公司、长沙鑫本助剂有限公司、山西金兰化工股份有限公司、湖南丹化农资有限公司、上海化工院检测有限公司

本文件主要起草人：房朋、侯昭飞、武娜等

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2006年首次发布为GB/T 20784—2006，2013年第一次修订，2018年第二次修订；
- 本次为第三次修订。

农业用硝酸钾

1 范围

本文件规定了农业用硝酸钾的术语和定义、技术要求、取样、试验方法、检验规则、标识和质量证明书、包装、运输和贮存。

本文件适用于由化学合成、矿物提取等各类工艺生产的作为氮钾二元肥料或水溶性肥料使用的固体农业用硝酸钾产品，不适用于工业硝酸钾直接农用分装产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2441.1 尿素的测定方法 第1部分：总氮含量
- 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 8574 复合肥料中钾含量的测定
- GB 15603 危险化学品仓库储存通则
- GB 18382 肥料标识 内容和要求
- GB/T 22923 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法
- GB/T 24890 复混肥料中氯离子含量的测定
- GB 38400 肥料中有毒有害物质的限量要求
- GB/T 42955 肥料中总氮含量的测定 杜马斯燃烧法
- NY/T 1116 肥料 硝态氮、铵态氮、酰胺态氮含量的测定
- NY/T 1117 水溶肥料钙、镁、硫、氯含量的测定
- 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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 农业用硝酸钾 potassium nitrate for agricultural use

由硝酸与钾盐等原料经化学反应制得或天然矿物精制而得的农用氮钾二元肥料，主要成分为 KNO_3 。

4 技术要求

- 4.1 外观：白色或浅色的结晶或颗粒，无肉眼可见机械杂质。
- 4.2 农业用硝酸钾产品应符合表 1 要求，同时应符合标明值。

表1 农业用硝酸钾的要求

项 目		等 级			
		优等品	一等品	合格品	
钾（以 K ₂ O 计）的质量分数/%		≥	46.0	44.5	44.0
总氮（N）的质量分数/%		≥	13.5	13.5	13.0
氯离子（Cl ⁻ ）的质量分数/%		≤	0.2	1.2	1.5
水（H ₂ O）的质量分数/%		≤	0.5	1.0	1.5
水不溶物的质量分数/%		≤	0.10	0.20	0.30
粒度 ^a d/%	1.00 mm～4.75 mm	≥	90		
	1.00 mm 以下	≤	3		
^a 结晶型产品不考核粒度。粒状产品粒度指标可按供需双方合同另行约定。					

4.3 有毒有害物质的限量要求

按GB 38400中无机肥料的规定执行。

5 取样

5.1 合并样品的采取

5.1.1 袋装产品

5.1.1.1 每批产品总袋数不超过 512 袋时，按表 2 确定采样袋数；每批产品总袋数大于 512 袋时，按式(1)计算结果确定最少采样袋数，如遇小数，则进为整数。

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \dots\dots\dots (1)$$

式中：
n ——最少采样袋数；
N ——每批产品总袋数。

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	—	—

5.1.1.2 包装规格不大于 50 kg 时，按表 2 或式（1）计算结果随机抽取一定袋数，用取样器沿每袋最长对角线插入至袋的 3/4 处，每袋取出不少于 100g 样品，每批采取总样品量不少于 2kg。包装规格大于 50kg 时，按表 2 或式（1）计算结果随机抽取一定袋数，用取样器分别从包装袋上开口中心位置垂直向下、向左、向右三个方向插入至袋的 3/4 处取样，每袋取出不少于 300g 样品，每批产品采取的合并样品量不少于 2kg。

5.1.2 散装及吨包装产品

散装产品及吨包装产品按GB/T 6679规定进行。

5.2 样品缩分

将采取样品迅速混匀，用缩分器或四分法将样品缩分至不少于1kg，再缩分成两份，分装于两个洁净、干燥的500mL具有磨口塞的玻璃瓶或塑料瓶中（生产企业质检部门可用洁净干燥的塑料自封袋盛装样品），密封并贴上标签，注明生产企业名称、产品名称、产品类别、批号或生产日期、取样日期和取样人姓名，一瓶做产品质量分析，另一瓶保存两个月，以备查用。

5.3 样品制备

由5.2中取一瓶样品，经多次缩分后取出约100g，迅速研磨至全部通过0.50mm试验筛（如样品潮湿，可以通过1.00 mm试验筛），混合均匀，置于洁净、干燥的样品瓶中，供含量测定用。余下样品供外观、粒度测定。

6 试验方法

警示：本文件实验操作中用到强酸时，需小心谨慎。使用挥发性强酸时，应在通风橱中进行。加热时禁止使用明火。

6.1 一般规定

本文件中所用的试剂，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂；本文件中所用的水、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，均执行HG/T 2843的规定。

除外观和粒度外，均做两份试料的平行测定。

6.2 外观

目视法测定。

6.3 钾含量

6.3.1 四苯硼酸钾重量法（仲裁法）

按附录A进行。

6.3.2 自动分析仪法

按GB/T 22923进行。

6.3.3 温度滴定法

按附录B进行。

6.3.4 电感耦合等离子体发射光谱法

按GB/T 8574进行，钾试样溶液用超声法提取。

6.4 总氮含量

6.4.1 蒸馏后滴定法（仲裁法）

按附录C进行。

6.4.2 自动分析仪法

按GB/T 22923进行。

6.4.3 紫外分光光度法

按NY/T 1116 进行。

6.4.4 杜马斯燃烧法

按GB/T 42955进行。

6.5 氯离子含量

6.5.1 容量法（仲裁法）

按GB/T 24890进行，其中称样量为5.0 g~10.0 g（精确到0.001 g），吸取的试液量为25.0 mL。
平行测定结果的绝对差值不大于0.15%，不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.30%。

6.5.2 自动电位滴定法

按 NY/T 1117 进行。

6.5.3 离子色谱法

按附录 D 进行。

6.6 水分

按附录E进行。

6.7 水不溶物

按附录F进行。

6.8 粒状产品的粒度

按附录G进行。

6.9 有毒有害物质的测定

按GB 38400进行。

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。4.1和表1中的项目为出厂检验项目。型式检验项目包括第4章的全部项目，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，如原料、工艺及设备发生较大改变，可能影响产品质量指标时；
- 长期停产后恢复生产时；
- 正常生产时，按周期进行型式检验，表1中的项目每六个月至少检验一次，4.3中的有毒有害物质含量每两年至少检验一次；
- 政府监管部门提出进行型式检验要求时。

7.2 组批

产品按批检验，以一天或两天的产量为一批，最大批量为500t。

7.3 结果判定

7.3.1 本文件中产品质量指标合格判定，采用 GB/T 8170 中“修约值比较法”。

7.3.2 生产企业按本文件要求进行出厂检验和型式检验。检验项目全部符合本文件要求时，判该批产品合格。

7.3.3 生产企业出厂检验时，如果检验结果中有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两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文件要求，判该批产品为不合格。

8 标识和质量证明书

8.1 产品包装袋上应标明钾含量、总氮含量或产品等级。

8.2 硝酸钾具有氧化性，应根据相关化学品法律、法规、强制性标准的相关要求标注危险性标签。

8.3 应以单一数值标明产品的净含量。

8.4 其余应符合 GB 18382 的规定。

8.5 生产企业应保证所有出厂的产品均符合本文件要求。每批出厂的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、钾含量、总氮含量、氯离子含量、水分、水不溶物、粒度和本文件编号，以及法律规定应标注的内容。

9 包装、运输和贮存

9.1 产品用符合 GB/T 8569 规定的塑料编织袋内衬聚乙烯薄膜袋或涂膜聚丙烯编织袋进行包装。包装规格为 50kg、40kg、25kg、10kg。每袋净含量分别为：(50±0.5) kg、(40±0.4) kg、(25±0.25) kg、(10±0.1) kg。每批产品平均每袋净含量不应低于 50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg、10.0 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。

9.2 产品不得与有机物、还原剂及易燃品等物质混运混贮。

9.3 产品应按 GB 15603 或其物质安全技术说明书中的贮存条件进行贮存，在运输过程中应防潮、防晒、防破损。

附 录 A
(规范性)
钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法

A.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掩蔽其它微量阳离子，钾与四苯硼酸钠反应生成四苯硼酸钾沉淀，过滤、干燥后称重。

A.2 试剂和材料

A.2.1 氢氧化钠溶液：200 g/L。

A.2.2 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液：40 g/L。

A.2.3 四苯硼酸钠溶液：15 g/L。

A.2.4 四苯硼酸钠洗涤液：1.5 g/L。

A.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。

A.3 仪器设备

A.3.1 通常实验室用仪器。

A.3.2 玻璃坩埚式滤器：4号，30 mL。

A.3.3 电热恒温干燥箱：能控制温度 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.4 试验步骤

A.4.1 试样溶液的制备

称取试样约1.8 g（精确至0.000 2g），置于250 mL三角瓶中，加100 mL水，插上梨形漏斗。在电热板或封闭式电炉上缓缓煮沸15 min，冷却至室温，转移到250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度、混匀。干过滤，弃去最初50 mL滤液，保留滤液为试液A供测定氧化钾含量用。

A.4.2 测定

准确吸取10.0 mL试液A到200 mL烧杯中，用水稀释至约50 mL，加10 mL EDTA溶液和5滴酚酞指示剂，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，使溶液始终保持红色。冷却至室温后，在不断搅拌下，缓慢滴加四苯硼酸钠溶液25 mL，继续搅拌1 min，静置15 min。

通过预先在 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥恒重的坩埚式滤器过滤烧杯上面的清液，以四苯硼酸钠洗涤液用倾泻法反复洗涤沉淀3次，共用洗涤液约40 mL，直至将全部沉淀转移到玻璃坩埚式滤器中，用少量洗涤液洗涤烧杯，最后用约5 mL水洗涤烧杯1次。

将盛有沉淀的坩埚式滤器置入 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中，待温度达到后干燥90 min，然后放在干燥器内冷却至室温，称重。

A.4.3 空白试验

除不加试样外，与试样测定采用完全相同的试剂、用量和试验步骤进行平行测定。

A.5 试验数据处理

钾含量 w_1 以 K_2O 的质量分数计，数值以%表示，按式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{[(m_1 - m_{10}) - (m_2 - m_{20})] \times 0.1314 \times 250}{m_0 \times 10} \times 100 = \frac{[(m_1 - m_{10}) - (m_2 - m_{20})]}{m_0} \times 328.5 \quad \dots\dots\dots(A.1)$$

式中：

- m_1 ——盛有四苯硼酸钾沉淀的坩埚质量，单位为克（g）；
- m_{10} ——坩埚的质量，单位为克（g）；
- m_2 ——空白试验中盛有四苯硼酸钾沉淀的坩埚质量，单位为克（g）；
- m_{20} ——空白试验中使用的坩埚质量，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 ——试样质量，单位为克（g）；
- 10 ——吸取试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- 250 ——试样溶液总体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A.6 允许差

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0.80%。

附 录 B
(规范性)
钾含量的测定 温度滴定法

B.1 方法提要

四苯硼酸钠与钾离子生成四苯硼酸钾沉淀是明显的放热化学反应，四苯硼酸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求得滴定终点的体积。

B.2 试剂或材料

B.2.1 氯化镁溶液：100 g/L。

B.2.2 氯化钾溶液：0.2 mol/L。用氯化钾基准试剂配成0.2 mol/L的溶液。

B.2.3 氢氧化钠溶液：10 mol/L。

B.2.4 四苯硼酸钠溶液：0.2 mol/L。称取70 g四苯硼酸钠溶解于约 800 mL水中，加7.3 mL饱和氢氧化钠溶液和91.3 mL氯化镁溶液，搅拌15 min，静置后用定量滤纸过滤并定容至1L；该溶液贮存在棕色瓶或塑料瓶中，一般不超过一个月。如发现浑浊，使用前应过滤。

B.3 仪器设备

B.3.1 通常实验室用仪器。

B.3.2 温度滴定仪。

B.3.3 温度电极：分辨率为 10^{-5} °C。

B.3.4 加液单元：10 mL或20 mL。

B.3.5 加液驱动器：无死体积。

B.3.6 螺旋搅拌器。

B.4 试验步骤

B.4.1 四苯硼酸钠标准溶液的标定

取1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL氯化钾溶液，加入2 mL氢氧化钠溶液，加水至约35 mL，用未知准确浓度的四苯硼酸钠溶液滴定至终点。

用所取5个氯化钾溶液的物质的量mmol(X轴)对滴定剂消耗体积m(Y轴)做线性回归，并绘图。绘制方程 $y=ax+b$ 的曲线，滴定剂四苯硼酸钠的摩尔浓度c为“ $1/a$ ”。

B.4.2 空白体积的测定

称取约1.5 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250 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 mL、10 mL、15 mL、20 mL、25 mL滤液，加入2 mL氢氧化钠溶液（B.2.3），加水至约35 mL，用经标定后的四苯硼酸钠溶液滴定至终点。

用所取5个分析样的体积（mL）（x轴）对滴定剂消耗体积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。

B.4.3 试样溶液的滴定

移取10 mL的待测滤液，加入2 mL氢氧化钠溶液，加水至约35mL，用经标定后的四苯硼酸钠溶液滴定至终点。

B.5 试验数据处理

钾含量 w_2 以 K_2O 的质量分数计，数值以%表示，按式（B.1）计算：

$$\omega_2 = \frac{(V_2 - V_1) \times c_1 \times 94.196 \times 0.25}{2m_3 \times V_3} \times 100 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

- V_2 ——样品滴定终点的体积，单位为毫升（mL）；
- V_1 ——方法空白体积（截距 b_1 ），单位为毫升（mL）；
- c_1 ——四苯硼酸钠溶液的准确浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- 94.196 ——氧化钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
- 0.25 ——样品溶液的定容体积，单位为升（L）；
- 2 ——氧化钾分子中所含钾离子的个数；
- m_3 ——试样的质量，单位为克（g）；
- V_3 ——移取试液的体积，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。

B.6 允许差

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0.80%。

附 录 C

(规范性)

总氮含量的测定 蒸馏后滴定法

C.1 原理

在碱性介质中用定氮合金将硝酸根还原，直接蒸馏出氨，将氨吸收在过量硫酸溶液中，在甲基红-亚甲基蓝混合指示液存在下，用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

C.2 试剂或材料

C.2.1 定氮合金 (Cu:50%、Al:45%、Zn:5%)：细度不大于0.85 mm。

C.2.2 硝酸钾：使用时于100 °C下烘干至质量恒定。

C.2.3 氢氧化钠溶液：400 g/L。

C.2.4 硫酸溶液： $c(1/2H_2SO_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ 或 $c(1/2H_2SO_4) = 1 \text{ mol/L}$ 。

C.2.5 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(NaOH) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

C.2.6 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

C.2.7 广泛pH试纸。

C.2.8 硅脂。

C.3 仪器设备

C.3.1 通常实验室用仪器。

C.3.2 蒸馏仪器：按GB/T 2441.1配备或其它具有相同蒸馏能力的定氮蒸馏仪。

C.3.3 蒸馏加热装置：1000 W~1500 W封闭式电炉，置于升降台架上，可自由调节高度。也可使用调温电炉或能够调节供热强度的其他形式热源。

C.3.4 防暴沸颗粒或防暴沸装置：后者由一根长约100 mm，直径约5 mm玻璃棒连接在一根长约25 mm聚乙烯管上。

C.4 试验步骤

C.4.1 称样

称取约1.0 g试样（精确至0.000 2 g）于蒸馏烧瓶中。

C.4.2 试样处理与蒸馏

于蒸馏烧瓶中加入300 mL水，摇动使试料溶解，加入定氮合金3 g~4 g和防暴沸物，将蒸馏烧瓶连接于蒸馏装置上。接受器中准确加入40.0 mL硫酸溶液 $[c(1/2H_2SO_4) = 0.5 \text{ mol/L}]$ 或20.0 mL硫酸溶液 $[c(1/2H_2SO_4) = 1 \text{ mol/L}]$ 、4~5滴混合指示液，并加适量水以保证封闭气体出口，将接受器连接在蒸馏装置上。蒸馏装置的磨口连接处应涂硅脂密封。

通过蒸馏装置的分液漏斗加入20 mL氢氧化钠溶液，在溶液将流尽时加入20 mL~30 mL水冲洗漏斗，剩3 mL~5 mL水时关闭活塞。静置10 min后，开通冷却水，同时开启加热装置，沸腾时根据泡沫产生程度调节供热强度，避免泡沫溢出或液滴带出。蒸馏出至少150 mL馏出液后，用pH试纸检查冷凝出口的液滴，如无碱性结束蒸馏。

C.4.3 滴定

用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定过量硫酸至甲基红-亚甲基蓝混合指示液呈现灰绿色为终点。

C.4.4 空白试验

除不加试样外，与试样测定采用完全相同的试剂、用量和试验步骤进行平行测定。

C.4.5 核对试验

定期使用新制备的含100 mg氮的硝酸钾（C2.2），按测试试料的相同条件进行。

C.5 试验数据处理

总氮含量 w_3 以氮（N）的质量分数计，数值以%表示，按式（C.1）计算：

$$w_3 = \frac{c_2 \times (V_5 - V_4) \times 14.01}{m_4 \times 1000} \times 100 = \frac{c_2 \times (V_5 - V_4)}{m_4} \times 1.401 \quad \dots\dots\dots(C.1)$$

式中：

- c_2 —— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- V_5 —— 空白试验时，所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- V_4 —— 样品测定时，所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- 14.01 —— 氮的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
- m_4 —— 试料质量，单位为克（g）。

计算结果保留到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

C.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.30%，不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.50%。

附 录 D
(规范性)
氯离子含量的测定 离子色谱法

D.1 原理

试样中的氯离子经水提取，采用带阴离子交换色谱柱的离子色谱法分离，利用电导检测器定量并计算氯离子含量。

D.2 试剂或材料

- D.2.1 水：GB/T 6682，一级。
- D.2.2 水中氯离子标准溶液：市售有证标准物质，浓度为1000mg/L。

D.3 仪器设备

- D.3.1 通常实验室用仪器。
- D.3.2 超声波清洗仪。
- D.3.3 离子色谱仪：配电导检测器。
- D.3.4 水相滤膜：0.45μm，以及配套过滤针筒。

D.4 试验步骤

D.4.1 试样溶液的制备

称取 0.1 g~1.0 g 试样（精确到 0.000 1 g），置于 250 mL 容量瓶，加入 150 mL 水，将容量瓶置于超声波清洗仪中超声提取 8 min（超声波清洗仪液面不低于容量瓶内液面），冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀，过滤。

D.4.2 标准溶液的配制

依次吸取氯离子标准溶液0.1 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、5.0 mL，分别置于5个100mL的容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，分别配制质量浓度为1mg/L、10mg/L、20 mg/L、40 mg/L、50 mg/L的氯离子系列标准溶液。

D.4.3 离子色谱条件

推荐离子色谱条件操作条件参见表 D.1，典型离子色谱图见附录 H。其他能达到同等分离程度的离子色谱操作条件均可使用。

表D.1 离子色谱推荐分析条件

色谱柱	Dionex IonPac™ AS18 250 mm×4 mm
淋洗液	23 mmol/L 氢氧化钾溶液等度淋洗
流速	1.0 mL/min
进样量	25 μL

柱温	30 °C
检测器	电导检测器，检测池温度 35℃

D. 4. 4 标准工作溶液和样品试液的测定

在与测定标准工作溶液同样的条件下测定空白溶液和样品试液。根据保留时间进行定性，利用标准工作曲线得到氯离子的浓度。

空白溶液除不加试料外，按照与待测样品试液相同的步骤处理。

如果待测样品试液中氯离子的响应值（峰面积）超过了标准工作曲线的线性校准范围，应对样品试液进行适当稀释后另行测定。

D. 5 试验数据处理

氯离子的质量分数 w_4 ，数值以%表示，按式（D.1）计算，

$$w_4 = \frac{\rho \times V \times f}{m_5 \times 10000} \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：

- ρ —— 试样溶液中氯离子的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- V —— 试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- f —— 试样溶液的稀释倍数；
- m_5 —— 试样质量，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，计算结果保留到小数点后两位。

D. 6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.15%，不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.30%。

附 录 E

（规范性）

水分的测定

E.1 原理

在一定温度下，将试样置于电热恒温干燥箱内干燥至恒重，干燥前后试样减少的质量即为游离水的含量。

E.2 仪器设备

E.2.1 通常实验室用仪器。

E.2.2 称量瓶：直径50 mm，高30 mm，有磨口玻璃盖。

E.2.3 电热恒温干燥箱：能控制温度 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

E.3 试验步骤

称取试样约5.0 g（精确至0.000 2 g），置于预先在 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重的称量瓶中，瓶盖倾斜放置，置于电热恒温干燥箱中与温度计水银球同一水平面位置处，在 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定，置于干燥器内冷却至室温，称重。

E.4 试验数据处理

水（ H_2O ）的质量分数 w_5 ，数值以%表示，按式（E.1）计算：

$$w_5 = \frac{m_6 - m_7}{m_8} \times 100 \dots\dots\dots (\text{E.1})$$

式中：

m_6 —— 称量瓶及试料在干燥前的质量，单位为克（g）；

m_7 —— 称量瓶及试料在干燥后的质量，单位为克（g）；

m_8 —— 试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

E.5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.10%，不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.20%。

附 录 F

（规范性）

水不溶物的测定

F.1 原理

称取一定量的试样，加水溶解、过滤，将残渣在一定温度下烘干至恒重，冷却后称量，计算试样中水不溶物的含量。

F.2 试剂或材料

F.2.1 二苯胺-硫酸指示液：10 g/L。称取1g二苯胺溶于100 mL硫酸中。

F.3 仪器设备

F.3.1 电热恒温干燥箱：温度能控制在105℃~110℃。

F.3.2 玻璃砂坩埚：滤板孔径为5 μm~15 μm。

F.4 试验步骤

称取约25 g试样，精确至 0.01 g。置于250 mL烧杯中，加100 mL水，加热溶解并煮沸，用已预先在105℃~110℃条件下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤。用水洗涤至滤液无硝酸根离子（用二苯胺-硫酸指示液检验不显蓝色），将玻璃砂坩埚连同不溶物置于电热恒温干燥箱中，在105℃~110℃条件下烘至质量恒定。

F.5 试验数据处理

水不溶物的质量分数 w_6 ，数值以%表示，按式（F.1）计算：

$$w_6 = \frac{m_9 - m_{10}}{m_{11}} \times 100 \dots\dots\dots (F.1)$$

式中：

m_9 —— 干燥后残渣和坩埚质量，单位为克（g）；

m_{10} —— 坩埚质量，单位为克（g）；

m_{11} —— 试料质量，单位为克（g）。

计算结果保留到小数点后三位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

F.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.003%。

附 录 G

（规范性）

粒度的测定

G.1 原理

用一定规格的试验筛，将试样分成不同粒径的颗粒、称量，计算质量分数。

G.2 仪器设备

G.2.1 试验筛：孔径为1.00 mm、4.75 mm，附盖和底盘。

G.2.2 电子天平：感量为0.5 g。

G.2.3 振筛机。

G.3 试验步骤

根据产品颗粒的大小，将筛子按1.00 mm、4.75 mm依次叠好装上底盘，称取缩分的试验样品约200 g（精确至0.5g），置于4.75 mm筛子上，盖上筛盖，置于振筛机上，夹紧筛盖，振荡5 min，或进行人工筛分，分别称量1.00 mm以下、1.00 mm~4.75 mm之间的试料（精确至 0.5 g），夹在筛孔中的试料作不通过此筛处理。

G.4 试验数据处理

粒度 w_7 以粒径小于1.00 mm、1.00 mm~4.75 mm的试料占全部试料的质量分数计，数值以%表示，按式（G.1）计算：

$$w_7 = \frac{m_{13}}{m_{12}} \times 100 \dots\dots\dots (G.1)$$

式中：

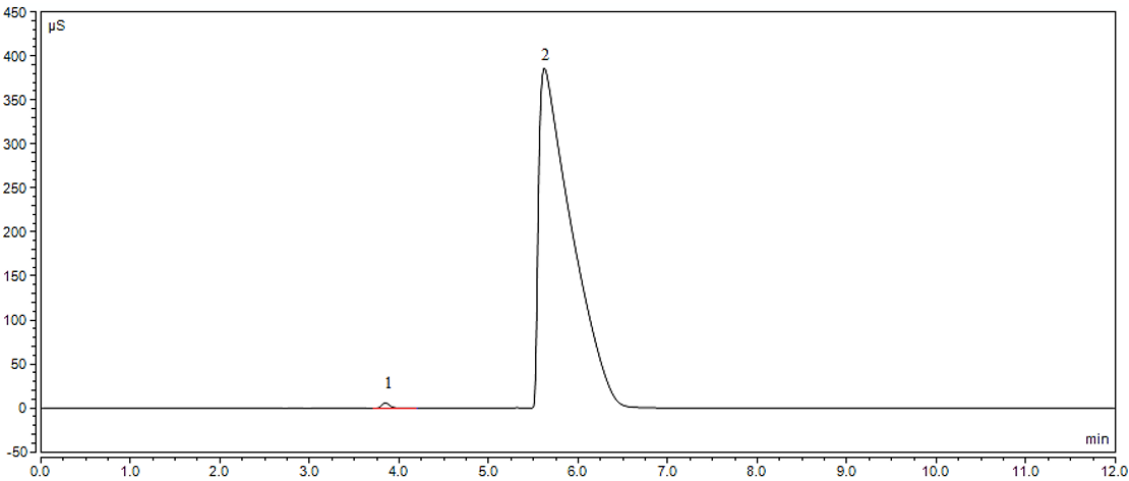
m_{13} —— 小于1.00 mm或1.00 mm~4.75 mm之间的试料质量，单位为克（g）；

m_{12} —— 试料质量，单位为克（g）；

计算结果表示到小数点后一位。

附 录 H
(资料性)
典型硝酸钾样品色谱图

典型硝酸钾样品色谱图见图H. 1。



标引序号说明：
1——氯离子；
2——硝酸根离子。

图 H. 1 典型硝酸钾样品色谱图