



中华人民共和国国家标准

GB/T 8574—2024

代替 GB/T 8574—2010

复合肥料中钾含量的测定

Determination of potassium content for compound fertilizers



2024-09-29 发布

2025-04-01 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 8574—2010《复混肥料中钾含量的测定 四苯硼酸钾重量法》，与 GB/T 8574—2010 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，确定了加热煮沸提取后四苯硼酸钾重量法测定为仲裁法（见第1章，2010年版的第1章）；
- 增加了超声提取方法（见5.3.3）；
- 增加了电感耦合等离子体发射光谱法（见6.2）；
- 增加了流动分析仪法（见6.3）；
- 删除了含有氰胺基化物或有机物试样的试液处理中的蒸发步骤（见2010年版的7.1.2）。

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（SAC/TC 105）归口。

本文件起草单位：上海化工院检测有限公司、新洋丰农业科技股份有限公司、江苏华昌化工股份有限公司、黑龙江省质量监督检测研究院、国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司、华东理工大学、山东省产品质量检验研究院、上海化工研究院有限公司。

本文件主要起草人：黄河清、杨磊、胡波、柳羽丰、马松亮、宋兴福、于燕萍、吴凡、牛彦超、徐春森、沈彦辉、高文君、张娟、段路路。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1988年首次发布为GB/T 8574—1988，2002年第一次修订，2010年第二次修订；
- 本次为第三次修订。



复合肥料中钾含量的测定

1 范围

本文件描述了复合肥料中的钾以加热煮沸或超声提取，采用四苯硼酸钾重量法、电感耦合等离子体发射光谱法或流动分析仪法测定的方法。以加热煮沸提取，四苯硼酸钾重量法测定为仲裁法。

本文件适用于复合肥料中钾含量的测定。其他含钾的无机肥料中钾含量测定参照执行。

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 6274 肥料和土壤调理剂 术语

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8571 复混肥料 实验室样品制备

GB/T 15063 复合肥料

GB/T 22923—2008 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法

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

GB/T 6274 和 GB/T 15063 界定的术语和定义适用于本文件。

4 样品

样品制备按 GB/T 8571 进行。

5 试样溶液的制备

5.1 试剂或材料

水应符合 GB/T 6682 中的三级水规格。

5.2 仪器设备

5.2.1 实验室常用仪器设备。

5.2.2 超声波清洗仪。

5.3 制备步骤

5.3.1 试样称量

平行做两份试验。

对于使用四苯硼酸钾重量法（6.1）进行钾含量测定的样品，称取含氧化钾约 400 mg 的试样，精确至 0.000 2 g。

对于使用电感耦合等离子体发射光谱法（6.2）进行钾含量测定的样品，称取含氧化钾 100 mg～250 mg 的试样，精确至 0.000 2 g。

5.3.2 提取方法一（加热煮沸）

按 5.3.1 要求称取试样，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 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，干过滤，弃去最初 50 mL 滤液。

5.3.3 提取方法二（超声提取）

按 5.3.1 要求称取试样，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，干过滤，弃去最初 50 mL 滤液。

6 试样溶液中钾的测定

6.1 四苯硼酸钾重量法

按附录 A 进行。

6.2 电感耦合等离子体发射光谱法

按附录 B 进行。

6.3 流动分析仪法

按 GB/T 22923—2008 中 3.4 进行。



附 录 A
(规范性)
四苯硼酸钾重量法

A.1 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。如试样中含有氰胺基化物或有机物时，可先加溴水和活性炭处理。为防止阳离子干扰，可预先加入适量的乙二胺四乙酸二钠（EDTA），使阳离子与 EDTA 络合。

A.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂；本方法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。

A.2.1 水，GB/T 6682，三级。

A.2.2 四苯硼酸钠溶液：15 g/L。

A.2.3 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液：40 g/L。

A.2.4 氢氧化钠溶液：400 g/L。

A.2.5 溴水溶液：约 5%（质量分数）。

A.2.6 四苯硼酸钠洗涤液：1.5 g/L。

A.2.7 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。

A.2.8 活性炭：应不吸附或不释放钾离子。

A.3 仪器设备

A.3.1 实验室常用仪器设备。

A.3.2 玻璃坩埚式滤器：4 号，30 mL。

A.3.3 电热恒温干燥箱：温度可控制在 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内。

A.4 试验步骤**A.4.1 试液处理**

试样不含氰胺基化物或有机物：吸取试样溶液（5.3.2 或 5.3.3）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 滴~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。

试样含有氰胺基化物或有机物：吸取试样溶液（5.3.2 或 5.3.3）25.0 mL，置于 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，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 次~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），以下步骤同不含氰胺基化物或有机物的试样操作。

A.4.2 沉淀及过滤

在不断搅拌下，于试样溶液（A.4.1）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℃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次~7次，每次用量约5 mL，最后用水洗涤2次，每次用量5 mL。

A.4.3 干燥

将盛有沉淀的坩埚置入120℃±5℃的电热恒温干燥箱中，干燥1.5 h，然后取出置于干燥器内冷却至室温，称量。

注：在洗涤坩埚时，使用丙酮能够洗去不易清洗的沉淀。

A.4.4 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。

A.5 试验数据处理

钾含量 w_1 按公式 (A.1) 计算：

$$w_1 = \frac{[(m_1 - m_{10}) - (m_2 - m_{20})] \times 0.1314}{m_0 \times 25/250} \times 100 = \frac{(m_1 - m_{10} - m_2 + m_{20}) \times 131.4}{m_0}$$

..... (A.1)

式中：

- w_1

—— 试样中钾含量，以氧化钾 (K_2O) 的质量分数表示，%；
- 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}

—— 空白试验中所使用坩埚的质量，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_0

—— 试样的质量，单位为克 (g)；
- 25

—— 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。

A.6 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 (r)，超过重复性限 (r) 的情况不超过 5%，重复性限 (r) 应符合表 A.1 的要求。

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限 (R)，超过再现性限 (R) 的情况不超过 5%，再现性限 (R) 应符合表 A.1 的要求。

表 A.1 四苯硼酸钾重量法精密度

钾含量 (w_1 ，以 K_2O 的质量分数表示) %	重复性限 (r) %	再现性限 (R) %
<10.0	0.20	0.40
10.0~20.0	0.30	0.60
>20.0	0.40	0.80

附录 B

(规范性)

电感耦合等离子体发射光谱法

B.1 原理

试样溶液中的钾在电感耦合等离子体 (ICP) 光源中原子化并激发至高能态, 处于高能态的原子跃迁至基态时产生具有特征波长的电磁辐射, 发射强度与钾原子浓度成正比。

B.2 试剂或材料

B.2.1 水, GB/T 6682, 一级。

B.2.2 钾标准储备液, 1 000 mg/L: 称取 (精确至 0.000 2 g) 于 105 °C 干燥 2 h 的基准试剂磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 3.480 6 g, 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 混匀。或使用有标准物质/标准样品证书的水中钾标准储备溶液。

B.2.3 高纯氩气, 纯度 (体积分数) 不小于 99.995%。

B.3 仪器设备

B.3.1 实验室常用仪器设备。

B.3.2 电感耦合等离子体发射光谱仪。

B.4 试验步骤

B.4.1 工作曲线的绘制

依次吸取钾标准储备液 (B.2.2) 0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL, 分别置于 6 个 100 mL 的量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 分别配置质量浓度为 0 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L、100 mg/L 的钾系列标准溶液。

测定前, 参照仪器使用说明书, 进行氩气流量、观测高度、射频发生器功率、积分时间等最佳工作条件选择, 然后用电感耦合等离子发射光谱仪测得各标准溶液在特征波长下的发射强度, 以各标准溶液中钾的质量浓度为横坐标, 相应的发射强度为纵坐标, 绘制标准曲线或得出回归方程。

推荐的仪器条件如下:

- 等离子观测模式: 垂直;
- 射频发生器输出功率: 1.15 kW;
- 雾化器流量: 0.7 L/min;
- 辅助气流量: 0.5 L/min;
- 最大积分时间: 30 s;
- 波长: 766.490 nm。

不同仪器宜选取不同仪器条件和曲线最高浓度, 与仲裁法进行对比选取最佳测定条件。

B.4.2 测定

取试样溶液 (5.3.2 或 5.3.3), 适当稀释后, 在与测定标准溶液相同的条件下, 测得钾的发射强度, 然后根据标准曲线或线性回归方程求得钾的质量浓度。

B.4.3 空白试验

除不加试样外, 操作步骤及试剂用量均与上述步骤相同。

B.5 试验数据处理

钾含量 w_2 按公式 (B.1) 计算：

$$w_2 = \frac{(\rho_1 - \rho_2) \times D \times V \times 1.205}{m_3 \times 10^4} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

- w_2 —— 试样中钾含量，以氧化钾 (K_2O) 的质量分数表示，%；
- ρ_1 —— 由标准曲线查出或回归方程得出的试样溶液钾的质量浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；
- ρ_2 —— 由标准曲线查出的空白试验溶液钾的质量浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；
- D —— 测定时试样溶液的稀释倍数；
- V —— 试样溶液总体积，单位为毫升 (mL) (本方法中 $V=250$ mL)；
- 1.205 —— 钾质量换算为氧化钾质量的系数；
- m_3 —— 试样的质量，单位为克 (g)；
- 10^4 —— 将毫克每千克换算成百分率的系数。

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。

B.6 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限 (r)，超过重复性限 (r) 的情况不超过 5%，重复性限 (r) 按公式 (B.2) 计算：

$$r = 0.052\ 4w^{0.674} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中：

- r —— 钾含量的重复性限，%；
- w —— 两个钾含量测定值的平均值，%。

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限 (R)，超过再现性限 (R) 的情况不超过 5%，再现性限 (R) 按公式 (B.3) 计算：

$$R = 0.142w^{0.705} \dots\dots\dots (B.3)$$

式中：

- R —— 钾含量的再现性限，%；
- w —— 两个钾含量测定值的平均值，%。

从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据参见附录 C。



附 录 C
(资 料 性)

从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据

从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据见表 C.1。

表 C.1 复合肥料中钾含量测定（电感耦合等离子体发射光谱法）统计结果

样品编号	A	B	C	D
参加实验室的数目	10	10	10	10
可接受结果的数目	10	10	10	9
平均值/%	4.61	8.16	14.70	16.16
重复性标准差(s_r)	0.048 6	0.087 9	0.123 0	0.108 0
重复性限(r)($2.8\times s_r$)	0.136 0	0.246 2	0.344 4	0.302 5
再现性标准差(s_R)	0.136 9	0.263 9	0.282 2	0.390 9
再现性限(R)($2.8\times s_R$)	0.383 2	0.739 0	0.790 1	1.094 5

