



职业技能鉴定培训教程

化学检验工系列

化肥分析

刘刚 主编

● 依据国家职业标准

● 紧密结合生产实际

● 面向国家职业资格培训



化学工业出版社

第2版

农业部农业专家咨询热线

中国标准出版社

化肥分析

第二版

农业部农业专家咨询热线

中国标准出版社

国内图书零售总发行所

中国标准出版社



职业技能鉴定培训教程 化学检验工系列

化肥分析

刘刚 主编
商照聪 章明洪 周勇明 副主编
张永清 主审



化学工业出版社

· 北京 ·

化学检验工化肥分析培训和考核的重点在于实战分析技能和操作的技巧性。本书主要内容包括化肥分析中试剂溶液的配制、标准滴定溶液的配制和标定、实验室样品的制备、物性检测、化学分析、仪器分析、生化分析等；还对几种常见的化肥生产工艺作了简单介绍。

本书既可以作为化学检验工化肥分析技能培训教材和实用手册，又可作为化肥分析检验工作者的参考用书。

图书在版编目 (CIP) 数据

化肥分析/刘刚主编. —北京: 化学工业出版社, 2008. 6
职业技能鉴定培训教程. 化学检验工系列
ISBN 978-7-122-03312-3

I. 化… II. 刘… III. 化学肥料-分析-职业技能鉴定-教材 IV. TQ440.72

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 102184 号

责任编辑: 李玉晖

文字编辑: 朱 恺

责任校对: 顾淑云

装帧设计: 于 兵

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 装: 北京市彩桥印刷有限公司

720mm×1000mm 1/16 印张 9 $\frac{3}{4}$ 字数 172 千字 2008 年 9 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 25.00 元

版权所有 违者必究

分析工是化工行业技术工人的主要工种之一。分析工工作技术含量高，岗位责任重。分析检验结果的准确性和可靠性，直接影响到企业正常运行、产品质量、生产效益和环境安全。为推行国家职业资格证书制度，促进高技能人才快速成长，原劳动和社会保障部颁布了《国家职业标准·化学检验工》。按照《中华人民共和国职业分类大典》对化学检验工的定义，分析工等 15 个工种归入化学检验工。

根据国家职业标准的要求，结合行业技术工人培训和技能鉴定的实际情况，化学工业职业技能鉴定指导中心组织编写了《职业技能鉴定培训教程（化学检验工系列）》。本套教程经原劳动和社会保障部职业培训教材工作委员会备案，被原劳动和社会保障部培训就业司推荐为行业职业教育培训规划教材。教程与化学工业职业技能鉴定指导中心开发的技能鉴定题库题库配套，可以满足石油化工、化肥、农药、医药、涂料、焦化、高分子等行业化学检验工学习、培训、考核的需求，促进相关工种职业技能鉴定工作的规范化开展。题库包括理论知识题库和技能操作题库，已进入试运行阶段。

根据行业特点及基础知识的相关性，配合题库的设计，本套培训教材分为基础知识和专业技能两大部分。

基础知识部分以分析方法为主线进行编写，基本知识、原理结合分析方法组织内容，包括《化学检验工 初级》《化学检验工 中级》《化学检验工 高级》《化学检验工 技师》和《化学检验工 高级技师》。各分册内容与化学检验工（分析工）理论知识鉴定题库的内容，为便于读者备考，这五个分册中收录了化学检验工职业技能鉴定题库鉴定细目表的部分内容，可供读者参考。

专业技能部分以化工行业的各专业和主要分析项目为主线，按照模块方式分等级编写，包括《无机化工分析》《有机化工分析》《石油化工分析》《溶剂试剂分析》《水质分析》《化肥分析》《农药分析》《催化剂分子筛分析》《药品分析》《涂料分析》《焦化分析》《微生物分析》《金属材料分析》《塑料分析与测试》《稀土分析》15 个分册。这些分册依据《国家职业标准·化学检验工》对各等级操作技能水平的要求，对职业标准中未能涉及的专业按照行业的实际情况进行了扩展。教材中的每个项目内容包括：项目名称、分析对象；采用的方法和参照的标准；药品、仪器；操作步骤；注意事项及技巧；数据处理和允差；适用范围等。对部分分析项目给出了评分标准，既可以用于技能鉴定实际操作考试，也可以在日常工作中参考。

本册为《化肥分析》。本册内容由浅入深，分为初级、中级和高级三部分，根据化肥分析的特点和难易程度逐级展开。主要内容包括化肥分析中试剂溶液的配制、标准滴定溶液的配制和标定、实验室样品的制备、物性检测、化学分析、仪器分析、生化分析等，还对几种常见化肥的生产工艺作了简单的介绍。在编写过程中以思考题的形式对操作中的注意事项和容易产生误差的步骤进行了问答，注重了分析技术的实用性，突出了分析技术的技巧性。

本书第一部分由杨晓霞、张求真、张小沁编写，第二部分由章明洪、周勇明、范宾编写，第三部分由刘刚、商照聪、杨一编写。全书由刘刚主编，商照聪、章明洪、周勇明副主编，章明洪统稿，张永清主审。

由于编者水平有限，加之时间仓促，书中的不当之处在所难免，敬请专家、读者批评指正。

编者

2008年3月

目录

第一部分 初级

1 检验准备	1
1.1 试剂溶液的配制	1
1.2 指示液的配制	3
1.3 缓冲溶液的配制	3
2 化肥实验室样品的接收与制备	4
2.1 样品接收	4
2.2 样品制备	4
2.2.1 仪器	4
2.2.2 格槽缩分器缩分	4
2.2.3 四分法缩分	5
2.2.4 样品研磨	5
2.3 标签的填写	6
思考题	6
3 检测与测定	7
3.1 化学分析	7
3.1.1 氯化铵中氨态氮含量的测定——蒸馏后滴定法	7
3.1.2 硫酸铵中氨态氮含量的测定——蒸馏后滴定法	10
3.1.3 碳酸氢铵中氨态氮含量的测定	13
3.1.4 过磷酸钙中有效磷含量的测定——磷钼酸喹啉重量法	14
3.1.5 钙镁磷肥中有效五氧化二磷含量的测定—— 磷钼酸喹啉重量法	17
3.1.6 过磷酸钙中水分的测定	18
3.1.7 钙镁磷肥中水分的测定	19
3.1.8 硫酸铵中水分含量的测定	21
思考题	21
3.2 物性检测	22
3.2.1 尿素中粒度的测定	22
3.2.2 复混肥料中粒度的测定	24

3.2.3 重过磷酸钙中粒度的测定	24
3.3 仪器分析	25
3.3.1 有机-无机复混肥料的 pH 值测定——酸度计法	25
3.3.2 叶面肥料的 pH 值测定	27
思考题	28
思考题答案	28

第二部分 中级

1 检验准备	30
1.1 标准滴定溶液的配制和标定	30
1.1.1 引用标准	30
1.1.2 一般规定	30
1.1.3 配制实例	31
1.2 检测仪器的自检	36
1.2.1 KF-1 型水分测定仪的检验	36
1.2.2 KQ-1 型颗粒强度测定仪的检验	38
思考题	39
2 采样	40
2.1 固体化工产品采样	40
2.2 固体化工产品采样实例	40
2.3 常温下为流动态的液体产品采样	41
2.4 液体产品采样实例	41
2.4.1 操作要点	41
2.4.2 仪器设备	41
2.4.3 操作手续	42
3 检测与测定	45
3.1 化学分析	45
3.1.1 复混肥料中的总氮含量测定	45
3.1.2 复混肥料中的磷含量测定	48
3.1.3 复混肥料中的钾含量测定	52

3.1.4 复混肥料中的钙、镁含量的测定 (乙二胺四乙酸二钠容量法)	56
3.1.5 复混肥料中的硫含量的测定	59
3.1.6 氨化硝酸钙中的钙含量的测定	62
思考题	66
3.2 仪器分析	66
3.2.1 尿素中的水分测定(卡尔·费休法)	66
3.2.2 复混肥料、有机-无机复混肥料中的水分测定 (卡尔·费休法)	69
3.2.3 尿素中缩二脲含量的测定(分光光度法)	72
3.2.4 过磷酸钙中游离酸含量的测定(酸度计法)	74
3.3 物性检测	78
3.3.1 粒状重过磷酸钙颗粒平均抗压碎力	78
3.3.2 硝酸磷肥颗粒平均抗压碎力的测定	78
思考题	80
思考题答案	80

第三部分 高级

1 检验准备	85
仪器分析用标准溶液的制备	85
2 检测与测定	87
2.1 化学分析	87
2.1.1 有机-无机复混肥料中有机质含量的测定	87
2.1.2 有机-无机复混肥料中氯离子含量的测定	89
思考题	93
2.2 仪器分析	93
2.2.1 复混肥料中铜含量的测定	93
2.2.2 复混肥料中铁含量的测定	96
2.2.3 复混肥料中锰含量的测定	100
2.2.4 复混肥料中锌含量的测定	102

2.2.5	有机-无机复混肥料中镉含量的测定	104
2.2.6	有机-无机复混肥料中铅含量的测定	106
2.2.7	有机-无机复混肥料中铬含量的测定	108
2.2.8	有机-无机复混肥料中汞含量的测定	111
2.2.9	复混肥料中硼含量的测定——甲亚胺-H 酸分光光度法	114
2.2.10	复混肥料中钼含量的测定——硫氰酸钠分光光度法	116
2.2.11	有机-无机复混肥料中砷含量的测定	120
思考题		124
2.3	生化分析	124
2.3.1	有机-无机复混肥料中蛔虫卵死亡率的测定	124
2.3.2	有机-无机复混肥料中大肠菌值的测定	127
思考题		132
3	几种常用化肥的生产工艺简介	133
3.1	氮肥	133
3.1.1	尿素	134
3.1.2	硫酸铵	134
3.1.3	碳酸氢铵	134
3.2	磷肥	134
3.2.1	过磷酸钙	135
3.2.2	钙镁磷肥	135
3.3	钾肥	136
3.3.1	氯化钾	136
3.3.2	硫酸钾	136
3.4	复合肥料	137
3.4.1	磷酸铵类肥料	137
3.4.2	三元素复混肥料	138
思考题		138
思考题答案		138
参考文献		145

第一部分 初 级

1 检验准备

1.1 试剂溶液的配制

(1) 氢氧化钠溶液 (450g/L) 称取 450g 氢氧化钠, 溶解于水中, 稀释至 1L。

(2) 硫酸溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0.5\text{mol/L} \right]$ 量取 15.0mL 硫酸慢慢注入盛有 400mL 水的烧杯中, 混匀。冷却后转移入 1L 量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。贮存于密闭的玻璃容器内。

(3) 硝酸溶液 (1+1) 量取 1 体积的水于烧杯中, 再加入相同体积的硝酸, 混匀。

(4) 氨水溶液 (2+3) 量取 2 体积的水于烧杯中, 再加入 3 体积的氨水, 混匀。

(5) 喹钼柠酮试剂

溶液 I: 溶解 70g 钼酸钠二水合物于 150mL 水中。

溶液 II: 溶解 60g 柠檬酸一水合物于 85mL 硝酸和 150mL 水的混合液中, 冷却。

溶液 III: 在不断搅拌下, 缓慢地将溶液 I 加到溶液 II 中。

溶液 IV: 溶解 5mL 喹啉于 35mL 硝酸和 100mL 水的混合液中。

溶液 V: 缓慢地将溶液 IV 加到溶液 III 中, 混合后放置 24h 再过滤, 滤液加入 280mL 丙酮, 用水稀释至 1L, 混匀, 贮存于聚乙烯瓶中。放于避光、避热处。

(6) 碱性柠檬酸铵溶液 1L 溶液中应含 173g 柠檬酸一水物和 42g 以氨形式存在的氮, 相当于 51g 氨。

a. 配制：用单标线吸管吸取 10mL 氨水溶液，置于预先盛有 400~450mL 水的 500mL 量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

从 500mL 量瓶中用单标线吸管吸取 25mL 溶液两份，分别移入预先盛有 25mL 水的 250mL 锥形瓶中，加 2 滴甲基红指示液，用硫酸标准滴定溶液滴定到溶液呈红色。

b. 1L 氨水溶液中，以氮的质量百分数表示的氮含量 (x_1) 按式 (1-1) 计算：

$$x_1 = \frac{cV \times 0.01401 \times 1000}{10 \times \frac{25}{500}} = cV \times 28.02 \quad (1-1)$$

式中 c ——硫酸标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V ——测定时，消耗硫酸标准滴定溶液的体积，mL；

0.01401——与 1.00mL 硫酸标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 1.000\text{mol/L} \right]$ 相当的

以克表示的氮的质量。

所得结果应表示至一位小数。

c. 配制 V_1 (L) 碱性柠檬酸铵溶液所需氨水溶液的体积 [V_2 (L)]，按式 (1-2) 计算：

$$V_2 = \frac{42 \times V_1}{X_1} = \frac{42 \times V_1}{cV \times 28.02} = \frac{1.5 \times V_1}{cV} \quad (1-2)$$

式中， c 、 V 同式 (1-1)。

按式 (1-2) 计算的体积 (V_2) 量取氨水溶液，将其注入试剂瓶中，瓶上应划有欲配的碱性柠檬酸铵溶液体积的标线。仪器装置如图 1-1。

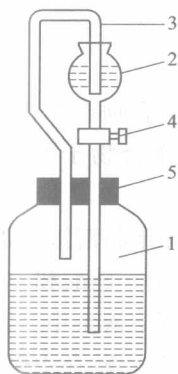


图 1-1

1—试剂瓶；2—分液漏斗；3—氨气通至漏斗中的管子；4—旋塞；5—瓶塞

根据配制每升碱性柠檬酸铵溶液需要 173g 柠檬酸一水合物, 称取计算所需柠檬酸一水合物用量。再按每 173g 柠檬酸一水合物需用 200~250mL 水溶解的比例, 配制成柠檬酸溶液。经分液漏斗将溶液慢慢注入盛有氨水溶液的试剂瓶中, 同时瓶外用大量冷水冷却, 然后加水至标线, 混匀。静置两昼夜后使用。

(7) 柠檬酸溶液 (20g/L) 将 20g 柠檬酸 ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) 溶于水, 并稀释至 1L, 此溶液 pH 值约为 2.1。溶液中加入 0.5g 水杨酸防腐剂易于保存。

(8) 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液 (37.5g/L) 称取 37.5g EDTA 于 1000mL 烧杯中, 加入少量水溶解, 用水稀释至 1000mL, 混匀。

1.2 指示液的配制

(1) 甲基红-亚甲基蓝混合指示液 溶解 0.1g 甲基红于 50mL 乙醇中, 再加入 0.05g 亚甲基蓝, 溶解后用相同的乙醇稀释至 100mL。

(2) 甲基红指示液 (2g/L) 称取 0.2g 甲基红溶解于 100mL 乙醇中。

1.3 缓冲溶液的配制

① 邻苯二甲酸氢钾标准缓冲溶液, 在温度为 25℃ 时 $pH=4.00$ 。将邻苯二甲酸氢钾 pH 缓冲剂的塑料袋剪开, 将粉末倒入 250mL 量瓶中, 以少量无 CO_2 蒸馏水冲洗塑料袋内壁, 并稀释至刻度后摇匀备用。

② 混合磷酸盐标准缓冲溶液, 在温度为 25℃ 时 $pH=6.86$ 。将混合磷酸盐 pH 缓冲剂的塑料袋剪开, 将粉末倒入 250mL 量瓶中, 以少量无 CO_2 蒸馏水冲洗塑料袋内壁, 并稀释至刻度后摇匀备用。

③ 四硼酸钠标准缓冲溶液: 在温度为 25℃ 时 $pH=9.18$ 。将四硼酸钠 pH 缓冲剂的塑料袋剪开, 将粉末倒入 250mL 量瓶中, 以少量无 CO_2 蒸馏水冲洗塑料袋内壁, 并稀释至刻度后摇匀备用。

2 化肥实验室样品的接收与制备

2.1 样品接收

实验室应将收到的样品进行登记,填写样品接收单。样品接收单的内容包括:样品名称、生产单位及联系方式、样品外观、包装情况、样品检验要求、接样日期、送样人签名、接样人签名。

2.2 样品制备

将接收到的样品通过缩分器或四分法分成两个相等部分,一份作为保留样,将另一份样品缩小至需要量,然后研磨至通过规定的筛孔,以获得均匀的、有代表性的、供分析用的实验室样品(通称试样)。

2.2.1 仪器

- ① 格槽缩分器:见图 2-1。
- ② 研磨器或研钵。
- ③ 试验筛:孔径为 0.5mm、1.00mm,带底盘和筛盖。
- ④ 搪瓷盘或铲子:其宽度应和格槽缩分器加料斗宽度相等。

2.2.2 格槽缩分器缩分

将两只接受器分别放在缩分器两侧接受样品的位置,将肥料样品平铺在搪瓷盘(或铲子)内,用两手置样品盘于缩分器加料斗上方,尽可能靠近中心并成正交位置,缓缓地将肥料加入,使其形成一层薄的物料流,颗粒肥料能垂直地、等量地落入所有的格槽中。注意,一定要使肥料连续加入,否则样品将落在某一接受器中,以致得不到等量的、均匀的、有代表性的样品。弃去一只接受器中样品,将另一接受器中样品返回缩分器缩分。重复此操作直至获得分析所需的样品量(包括物理分析和化学分析)。如需缩分的原始样品较少,则可将第一次缩分所得的两只样品分别重新缩分至需要的样品量。若原始样品量大于缩分器容量,则可将样品先分成若干等分,然后一份一份地按上述操作进行缩分,丢弃一只接

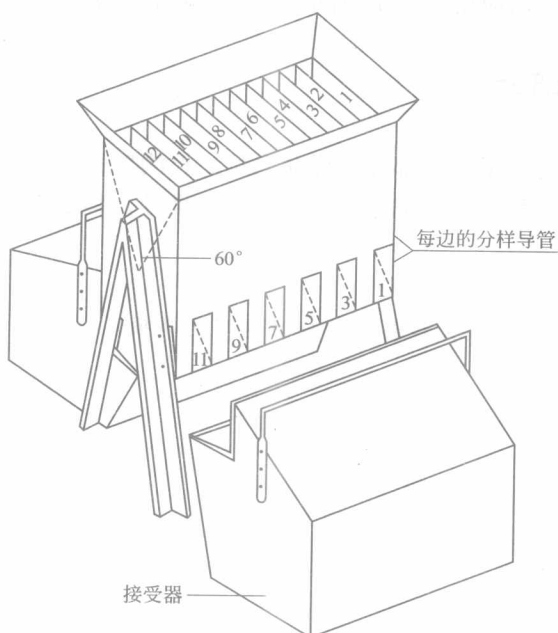


图 2-1 格槽缩分器

受器中的样品，将另一只接受器中的样品混合再缩分。缩分操作应尽可能快，以免样品失水或吸湿。

2.2.3 四分法缩分

用铲子或油灰刀将肥料在清洁、干燥、光滑的表面上堆成一圆锥形，压平锥顶，沿互成直角的二直径方向将肥料样品分成四等份，移去并弃去对角部分，将留下部分混匀。重复操作直至获得所需的样品量。

将 2.2.2 或 2.2.3 缩分后混合均匀的样品装入两个密封容器中密封，贴上标签。一瓶做物理分析，一瓶经研磨后做化学分析。

2.2.4 样品研磨

将缩分样品用研磨器或研钵研磨至所有样品都通过 0.5mm 孔径筛（对于湿肥料可通过 1mm 孔径筛），研磨操作要迅速，以免在研磨过程中失水或吸湿，并要防止样品过热。对易吸湿样品应在干燥手套箱中进行。

为使样品均匀，可将全部研磨后样品放在可折卷的釉光纸片上或光滑油布片上，按不同方向慢慢滚动样品直到充分混匀为止。将样品放入密闭的广口容器

中，样品放入后，容器应留有一定空间，密封，贴上标签。

2.3 标签的填写

样品标签的内容包括以下部分：样品名称、检测项目、制样日期、制样人姓名、样品生产单位名称或样品编号、产品批量和批号，其他需要说明的项目等。

思考题

2-1 实验室样品在接收和制备时应注意哪些事项？

3 检测与测定

3.1 化学分析

3.1.1 氯化铵中氨态氮含量的测定——蒸馏后滴定法

(1) 原理 氯化铵在碱性溶液中蒸馏出氨，用过量硫酸标准溶液吸收，在指示液存在下，用氢氧化钠标准滴定溶液回滴过量的硫酸。氯化铵中氨态氮含量的测定还可以使用甲醛法。

(2) 采用的方法 GB 2946—92 《氯化铵》国家标准。

(3) 仪器设备和试剂

① 氢氧化钠 (GB 629): 450g/L 溶液。

② 硫酸 (GB 625): $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=0.5\text{mol/L}$ ，其浓度应小于氢氧化钠标准滴定溶液的浓度。

③ 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.5\text{mol/L}$ 。

④ 甲基红—亚甲基蓝混合指示剂。

溶解 0.1g 甲基红 (HG/T 3449) 于 50mL 乙醇 (GB/T679) 中，再加入 0.05g 亚甲基蓝，溶解后，用相同的乙醇稀释至 100mL。

⑤ 蒸馏仪器：见图 3-1 或其他具有同样效率的蒸馏装置。

a. 蒸馏瓶 (A): 1000mL，带 29 号内接标准磨口。

b. 防溅球管 (B): 与蒸馏瓶连接的一端带有 29 号外接标准磨口，与冷凝器连接的一端带有 19 号外接标准磨口。

c. 滴液漏斗 (C): 容量为 50mL。

d. 直式冷凝器 (D): 有效长度为 400mm，进口为 19 号内接标准磨口，出口为 29 号外接标准磨口。

e. 吸收瓶 (E): 500mL，瓶口为 29 号内接标准磨口连接双连球。

(4) 实验操作步骤

① 试样溶液的制备

称取约 9g 试样，精确至 0.001g，置于烧杯中，用水溶解，转移至 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀后备用。