

肥料分析法

朱德保 编著

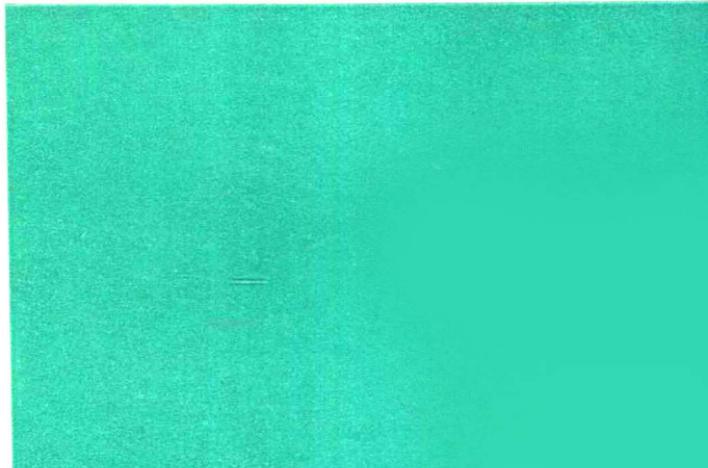
中国科学技术出版社



责任编辑:肖 鸿

封面设计:刘志峰

肥料分析法



ISBN7-5046-1280-4/S · 206

定价: 6.00 元

肥 料 分 析 法

朱德保 编著

中国科学技术出版社

• 北京 •

(京)新登字175号
图书在版编目(CIP)数据

肥料分析法
FEILIAO FENXIFA
——北京：中国科学技术出版社，1993.12
ISBN7—5046—1280—4/S·206

I . 肥…
II . 肥料…
III . 肥料—分析法
IV . S14—33

中国科学技术出版社出版
北京海淀区白石桥路32号 邮政编码：100081
三河市宏达印刷厂印刷

※

开本：787×1092 毫米 1/32 印张：6 字数：140千字
1993年12月第1版 1993年12月第1次印刷
印数：1—3000册 定价：6.00元

内 容 提 要

本书以通俗的语言详述有机肥、间接肥、化肥、微量元素肥、稀土元素肥等肥料推广的不同阶段及与之配套的分析测定方法。结合实验室条件,介绍各阶段具有代表性的方法,采用较普通的仪器及设备操作,易学,易懂,易用。适合于广大从事农业生产的工作者学习应用。

责任编辑:肖 鸿 叶淑娟
封面设计:刘志峰
正文设计:齐振通

编 者 的 话

旧中国的农业是非常落后的，广大农村主要施用人畜粪、山青、堆肥、凼肥等有机肥料，施肥水平极低。

新中国成立后，党和政府十分重视和关心农业，施肥水平逐步提高。在50年代，除施用有机肥料外，还因地制宜地施用石灰、石膏、泥炭等间接肥料，并开始试用化肥。60年代，大力推广不同品种的氮、磷、钾类化肥，并开始试用微量元素肥料。70年代，除大量施用化肥、微肥外，又开始试用稀土元素肥料。随着施肥的不同进展阶段，与之配套的肥料分析方法、仪器设备及技术力量等都形成了不同阶段的特色。为了促进我国肥料分析工作，结合本实验室条件，从中选取各阶段的代表方法，采用较通用的仪器、设备、编辑成《肥料分析法》一书。

为了帮助对概貌的了解，每章开头都作了简要介绍。

为了索本正源的需要，每种肥料分析法从原理上作了提要说明，并尽可能地采用较流行的化学方程式。

为了与不同发展阶段相照映，在术语、试剂等方面保留了一些原有特色。

为了节省版面，除特殊说明外，试剂配制中的“水”，均指蒸馏水，“一般试剂”指分析纯产品。其它均不采用附录补充。

从实用的目的出发，本书按肥料发展阶段共分十章，系统地进行介绍，是目前国内外介绍肥料分析方法，较为全面的一本工

具书。它可作为科研单位、农业推广系统、化工厂家、商检部门、教育系统的参考书。

在本书出版过程中,得到了湖南省农业科学院院长段德牒、副院长田际榕、《湖南农业科学》总编辑杨吉安、湖南省水稻所等热忱鼓励与帮助,在此一并鸣谢。

限于作者水平,加之时间仓促,书中错误和不当之处,敬请读者指正赐教。

一九九一年完稿

一九九二年修订于长沙

目 录

第一章 肥料样品的采取与制备	(1)
一、肥料样品的采取	(2)
二、肥料样品的制备	(4)
第二章 化学氮肥分析	(5)
一、硫酸铵中氮的测定(农科—A型半微量蒸馏法)	(6)
二、碳酸氢铵中氮的测定(酸量法)	(8)
三、氨水中氮的测定(中和滴定法)	(9)
四、硝硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{NH}_4\text{NO}_3]$ 中氮的 测定(水杨酸—硫酸法)	(10)
五、硝酸铵中氮的测定(铁粉还原法, 又称乌勒斯 ULSCH 法).....	(12)
六、硝酸钠(天然硝石, 俗称智利硝石)中氮的 测定(德瓦达合金法)	(13)
七、硝酸钾中氮的测定(阿勒德 ARND 法).....	(15)
八、硝酸钙(又称硝酸石灰或挪威硝石)中氮的测定 (硝酸灵试剂重量法)	(16)
九、硝酸铵钙 $(\text{NH}_4\text{NO}_3 + \text{CaCO}_3 + \text{MgCO}_3)$ 中氮的测定 (紫外线吸收法)	(18)
十、尿素中氮的测定(甲醛法或尿素酶法)	(19)
十一、石灰氮(又叫氰氨基化钙)中氮的测定	

(硝酸银容量法)	(23)
十二、有害物质的检验	(25)
第三章 有机氮肥的分析	(33)
附 I 土壤及农家肥料中 $\text{NH}_4^+ - \text{N}$ 的测定	(35)
附 II 硝酸态氮速测法(α 氨基萘法)	(39)
附 III 全氮量的测定(半微量开氏法)	(41)
第四章 化学磷肥分析	(46)
一、过磷酸钙中磷的测定(柠檬酸铵—磷酸铵镁重量法)	(47)
二、钙镁磷肥中磷的测定(磷钼酸喹啉重量法)	(51)
三、钢渣磷肥中磷的测定(磷钼酸铵容量法)	(54)
四、磷矿粉中磷的测定(钒钼黄比色法)	(57)
五、非正磷酸盐形态磷的测定(偏磷酸钙的分光光度法)	(59)
六、水分的测定	(62)
七、游离酸的测定(中和滴定法)	(65)
第五章 有机磷肥分析	(68)
附录 土壤和农家肥料中磷的测定	(71)
I 酸溶比色法测全磷(钼蓝法)	(71)
II 酸性氟化铵法测速效磷	(75)
第六章 化学钾肥分析	(79)
一、氯化钾中钾的测定(四苯硼钠重量法)	(80)
二、硫酸钾中钾的测定(亚硝酸钴钠容量法)	(82)
三、硝酸钾中钾的测定(过氯酸测定法)	(84)
四、窑灰钾肥中钾的测定(四苯硼季铵盐容量法)	(85)
五、钾钙肥中钾的测定(酒石酸盐容量法)	(89)
六、有害物质的检验	(91)

第七章 农家钾肥分析	(96)
第八章 间接肥料分析	(99)
一、石灰的分析	(99)
二、石膏的分析	(107)
三、食盐的分析(佛尔哈特法)	(112)
四、绿矾的分析	(114)
五、芒硝的分析	(119)
六、明矾的分析	(119)
七、泥炭的分析	(123)
八、胡敏酸的分析	(129)
第九章 微量元素肥料分析	(136)
一、硼肥的分析(容量法)	(136)
二、锰肥的分析(原子吸收分光光度法)	(138)
三、铜肥的分析(碘量法)	(139)
四、锌肥的分析(EDTA 容量法)	(141)
五、钼肥的分析(沉淀滴定法)	(143)
六、碘盐的分析(银量法)	(144)
七、硒肥的分析(3,3'-二氨基联苯胺比色法)	(146)
八、铬盐的分析(滴定法)	(149)
九、钴盐的分析(EDTA 滴定法)	(151)
十、钒肥的分析(容量法)	(152)
十一、氟盐的分析(中和滴定法)	(154)
第十章 稀土元素分析	(156)
一、定性检定	(157)
二、化学分析方法	(161)

三、物理化学分析方法 (172)

参考文献 (174)

第一章 肥料样品的采取与制备

肥料分析结果的准确性，首先决定于取样的正确与否。

为了达到正确取样的目的，在取样时，务必注意以代表性为中心的下述原则：

代表性：务求使采集的少数样品能充分代表被分析的整个对象。为此，必须根据具体情况，灵活运用取样的有关规定，着眼于采集能符合大多数情况的样品。防止把特殊情况（如已挥发、分解或潮解变质的肥料）作为普遍规律来研究。

目的性：研究任何一个对象，测定任何一个项目，事前都应有一个明确的目的，克服测比不测好的盲目观念，防止随意多取样，结果测定数据一大堆，说明不了实际问题。

真实性：为了使取样真实，最能反映客观实际，首先必须注意在每次取样中，对被取样品保证被抽取的机会均等，不能局部地抽取。其次对于不均匀液体肥料，应注意取样部位、深度、位置等要在最能反映所要了解情况的典型地方。第三，采取有机肥料时，应注意生物体与生活环境相统一的原理，根据其腐熟差异来相应地改变取样的位置、深度等。

特殊性：有些研究材料非常宝贵，或有些作特殊研究的课题，或有特殊规定的项目，或有特殊性质（如易挥发、吸潮、氧化、失水等）的肥料，取样应根据试验要求做特殊处理。

一、肥料样品的采取

肥料一般分为无机肥料和有机肥料两大类。无机肥料又有固态、液态之分，有机肥料则有堆肥、厩肥、草塘泥、粪肥、草木灰、工业下脚肥（包括杂毛、羽毛、酒糟、油饼肥、油渣、皮革下角料、骨粉等）、人畜粪尿、泥炭等。

通常用于取样的工具有：取样探子、取样双套管、铁铲、药品匙（固体无机肥料用）；取样玻璃管、取样吊筒、取样支管（液体无机肥料用）；锄、镐、锹、瓢、勺、铡刀、剪刀、镰刀（有机肥料用）等。

严格按照规定的取样方法进行取样是保证取样正确的第一要领。例如探子插入货件时，必须背部向上，然后徐徐插至袋底，旋转180°后取出，否则流入探子槽的货品将大都是袋口部分的。取样玻璃管插入液体时，不可揿住上端小孔，否则取到的液体将大部分是桶底的。其次，具备商品知识，了解肥料的理化性质，根据取样时获得的感观认识进行判断，灵活调节。最后，取样人员的高度责任感，防止货品污染浪费，也是不可缺少的要领。

从理论上讲，对不均匀的货品来说，份样取得愈多，代表性就愈强，但在实际工作中，对取样数量、各种化学肥料多有专门规定。一般而言，对同时交货的同厂、同批号、同规格产品的件装化学肥料，可参照递减比例取样：规定取样基数和增取件数。在一般情况下，普遍适用。

例如：50件以内 抽取5件

51—100件 每增10件以内，加取1件

101—500件 每增50件以内，加取2件

501—1000件 每增100件以内，加取2件

1001—5000 件	每增 100 件以内, 加取 1 件
5001—10000 件	每增 200 件以内, 加取 1 件
10000 件以上	每增 300 件以内, 加取 1 件

自各件取份样混匀缩分后, 取分析试样 500g, 分装两瓶。

例如: 某批化学肥料共 2000 袋, 根据这一规定, 开拣件数可计算如下:

$$5 + 5 \times 1 + 8 \times 2 + 5 \times 2 + 10 \times 1 = 46(\text{件})$$

至于样品拣取的方式, 通常用纯随机抽样、机械抽样、整群取样等。

任何样品在采取之前, 应在盛器合适而又显眼的位置上贴好标签, 注明生产厂名称、产品名称、等级、批号和采样日期、分析项目、采样人等。

现将典型肥料的大致取样列举如下:

1. 固体化肥: 件装品可用探子按对角线方向插入袋底取样, 约取 200—500g。散装品可用探子或小铲在代表性强的多点上取样 200—500g。

2. 液体化肥: 经摇动容器后, 用取样玻璃管在各代表性强的位置处抽样, 约 300—500mL。

3. 块状肥料: 如矿质肥、骨肥、饼肥等, 应先挑选代表性强的块肥, 破碎、磨粉过筛后再取样, 约取 200—500g。

4. 有机土肥: 如堆肥、沤肥、厩肥等, 可在翻堆时, 择代表性强的多点取样 1—3kg。

5. 有机质肥: 如油渣、杂毛、皮革下角料、绿肥等, 应先选择一定数量的原始样品, 经剪碎后以“四分法”取样 0.5—2kg。

6. 人畜粪尿: 用粪瓢将人、畜粪尿搅匀, 于不同位置多点取样 1—2kg。

7. 泥炭:于分布区内选 3—5 个代表点用锄或铲取样,用“四分法”淘汰至 1—2kg。

二、肥料样品的制备

为使取样均匀,能最大限度地代表肥料样品,除有些项目(如水分、速效养分、还原性成分等)直接用新鲜样品测定外,大都要将样品进行风干、磨细、过筛、混合、保存等手续,供样品分析用。报出结果的分析样品,一般应保存半年至一年,以备查核。标准样品或对照样品则需长期妥善保存,不使被测成分改变。

现将典型肥料的大致制备列举如下:

1. 固体化肥:一般经采集混匀后不必处理,就可贮藏在密封瓶中,供分析用。

2. 液体化肥:也不必处理。

3. 块状肥料:结块的过磷酸钙等,需粉细过 1mm 筛;块状的磷矿石、钙镁磷肥、钢渣磷肥、熔成磷肥,磨细过 0.15mm(100 目)筛;磷矿石、钾长石中的 P、K 分析,需磨细至过 0.125—0.088mm(120—170 号)筛,取样约 20g。

4. 有机土肥:样品经风干、砸碎(包括剪细长的植株残体),以“四分法”取约 250g,研细过 20 号筛。

5. 有机质肥:鲜绿肥需先在 110—120℃的鼓风烘箱中烘 20 分钟,以杀死植物体中酶的活性,然后在 60—70℃下烘干,粉碎过 40 号筛。油渣、杂毛、皮革下角料等则粉细过 18(速效养分用)—35 号(全量养分用)筛,取样约 20g。

6. 人畜粪尿:将样品搅匀,以“四分法”取约 200mL,再经充分捣碎,过 6—10 号筛。也可将液体与固体分离后分别测定。

7. 泥炭:经风干后,用“四分法”取 300g 左右,磨细过 0.25mm 筛。