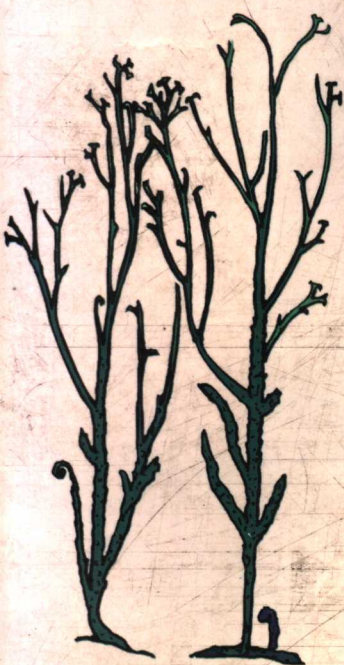
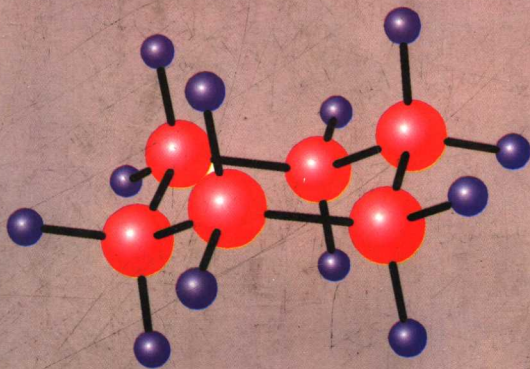
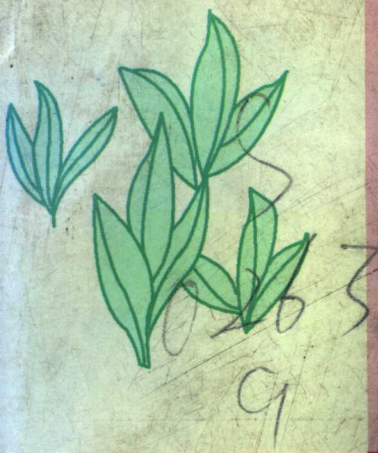
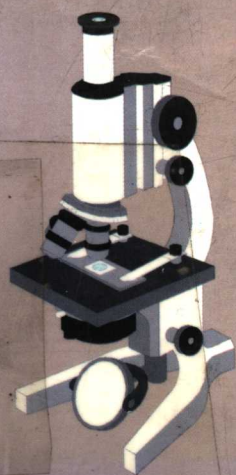


中国 农业标准 汇编

土壤肥料卷

中国标准出版社



S
0263
G

中国农业标准汇编

土壤肥料卷

中国标准出版社 编

中国标准出版社

1998

图书在版编目 (CIP) 数据

中国农业标准汇编: 土壤肥料卷/中国标准出版社编.
北京: 中国标准出版社, 1998
ISBN 7-5066-1661-0

I. 中… II. 中… III. ①农业科学-标准-中国-汇编②
土壤-标准-中国-汇编③肥料-标准-中国-汇编 IV. S-65
中国版本图书馆 CIP 数据核字 (98) 第 11598 号

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

电 话: 68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 51^{3/4} 字数 1 650 千字

1998 年 8 月第一版 1998 年 8 月第一次印刷

*

印数 1—2 000 定价 164.00 元

编 者 的 话

《中国农业标准汇编》是我国农业标准化方面的一套大型丛书,按行业分类分别立卷,由中国标准出版社陆续出版。“土壤与肥料卷”是该丛书的一卷。

土壤是农作物赖以生存的基础,而土壤肥分的好坏直接关系到作物的生长发育、产量的高低、质量的优劣。特别是现代化的农业生产,化肥已成为不可缺少的农业生产资料。为了便于各级质量管理和检验部门对产品的抽查和检验,同时为解决生产和检验部门缺少标准和标准收集不全的实际困难,特将1997年年底以前发布的土壤与肥料国家标准及行业标准汇编成册,其中国家标准78项,农业行业标准13项,化工行业标准18项,专业标准17项,建材行业标准2项。

全书分为四个部分:土壤、肥料综合,土壤、水土保持,化肥基础标准与通用方法,化肥、化学土壤调理剂等。本书目录中凡标有“*”的国家标准,已调整为行业标准,其相应的行业标准号列于书后附录中;凡标有“**”的国家标准,已改为推荐性国家标准;凡标有“***”的化工行业标准和专业标准,已改为推荐性行业标准和专业标准。

本书涉及土壤肥料方面的一些测定方法,水土治理技术,以及化肥、化学土壤调理剂。

本书适用于农业、农资、化工、商业等部门各类生产、经营单位及各级质量监督检验机构,亦可供大专院校师生参考使用。

中国标准出版社第一编辑室

1998.4

目 录

土壤、肥料综合

GB 6260—86*	土壤中氧化稀土总量的测定 对马尿酸偶氮氯膦分光光度法	3
GB 7172—87*	土壤水分测定法	7
GB 7173—87*	土壤全氮测定法(半微量开氏法)	9
GB 9834—88*	土壤有机质测定法	12
GB 9835—88*	土壤碳酸盐测定法	16
GB 9836—88*	土壤全钾测定法	19
GB 9837—88*	土壤全磷测定法	24
GB 9838—88*	^{15}N 土壤、植物标准样品	27
GB 12297—90*	石灰性土壤有效磷测定方法	29
GB 12298—90*	土壤有效硼测定方法	32

土壤、水土保持

GB/T 15772—1995	水土保持综合治理 规划通则	37
GB/T 15773—1995	水土保持综合治理 验收规范	78
GB/T 15774—1995	水土保持综合治理 效益计算方法	103
GB/T 16453.1—1996	水土保持综合治理 技术规范 坡耕地治理技术	128
GB/T 16453.2—1996	水土保持综合治理 技术规范 荒地治理技术	143
GB/T 16453.3—1996	水土保持综合治理 技术规范 沟壑治理技术	163
GB/T 16453.4—1996	水土保持综合治理 技术规范 小型蓄排引水工程	195
GB/T 16453.5—1996	水土保持综合治理 技术规范 风沙治理技术	211
GB/T 16453.6—1996	水土保持综合治理 技术规范 崩岗治理技术	222
GB/T 16783—1997	水基钻井液现场测试程序	228

化肥基础标准与通用方法

GB/T 2441—91	尿素总氮含量的测定 蒸馏后滴定法	279
GB/T 2443—91	尿素中缩二脲含量的测定 分光光度法	284
GB/T 2444—91	尿素中水分的测定 卡尔·费休法	287
GB/T 2448—91	尿素粒度的测定 筛分法	289
GB 2947—82**	卡尔·费休法测定尿素、硝酸铵中水分	291
GB 3595—83**	肥料中氨态氮含量的测定 蒸馏后滴定法	294
GB 3597—83**	肥料中硝态氮含量的测定 氮试剂重量法	299

* 根据国家技术监督局对国家标准的清理整顿和复审结果,已调整为行业标准。

** 根据国家技术监督局对国家标准的清理整顿和复审结果,已改为推荐性国家标准。

GB 3598—83**	肥料中尿素态氮含量的测定 尿素酶法	303
GB 3600—83**	肥料中氨态氮含量的测定 甲醛法	306
GB/T 6274—1997	肥料和土壤调理剂 术语	309
GB 8569—1997	固体化学肥料包装	325
GB 8570.1—88**	液体无水氨 实验室样品的采取	331
GB 8570.2—88**	液体无水氨 氨含量的测定	334
GB 8570.3—88**	液体无水氨 残留物含量的测定 重量法	335
GB 8570.4—88**	液体无水氨 残留物含量的测定 容量法	338
GB 8570.5—88**	液体无水氨 水分的测定 卡尔·费休法	340
GB 8570.6—88**	液体无水氨 油含量的测定 重量法和红外光谱法	343
GB 8570.7—88**	液体无水氨 铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法	347
GB 8571—88**	复混肥料 实验室样品制备	350
GB 8572—88**	复混肥料中总氮含量测定 蒸馏后滴定法	352
GB 8573—88**	复混肥料中有效磷含量测定	357
GB 8574—88**	复混肥料中钾含量测定 四苯基合硼酸钾重量法	364
GB 8575—88**	复混肥料中游离水含量测定 真空干燥法	367
GB 8576—88**	复混肥料中游离水含量测定 真空烘箱法	369
GB 8577—88**	复混肥料中游离水含量测定 卡尔·费休法	371
GB 8921—88	磷肥放射性镭-226 限量卫生标准	373
GB 10207—88**	磷酸一铵、磷酸二铵中有效磷含量测定	379
GB 10208—88**	料浆法磷酸一铵中有效磷含量测定	384
GB 10209—88**	磷酸一铵、磷酸二铵中总氮含量测定 蒸馏后滴定法	389
GB 10210—88**	磷酸一铵、磷酸二铵中水含量测定	394
GB 10211—88**	磷酸一铵、磷酸二铵粒度测定	397
GB 10212—88**	磷酸一铵、磷酸二铵颗粒平均抗压强度测定	398
GB 10511—89**	硝酸磷肥中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法	399
GB 10512—89**	硝酸磷肥中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法	403
GB 10513—89**	硝酸磷肥中游离水含量的测定 卡尔·费休法	406
GB 10514—89**	硝酸磷肥中游离水含量的测定 烘箱法	409
GB 10515—89**	硝酸磷肥粒度测定	411
GB 10516—89**	硝酸磷肥颗粒平均抗压强度测定	413
GB/T 13565—92	肥料采样报告格式	415
GB/T 13566—92	肥料 堆密度的测定方法	421
GB/T 14539.1—93	复混肥料中砷、镉、铅的测定 试样溶液制备	426
GB/T 14539.2—93	复混肥料中砷的测定方法	428
GB/T 14539.3—93	复混肥料中镉的测定方法	434
GB/T 14539.4—93	复混肥料中铅的测定方法	440
GB/T 14540.1—93	复混肥料中钼的测定方法 硫氰酸钠分光光度法	445
GB/T 14540.2—93	复混肥料中硼的测定方法 甲亚胺-H 酸分光光度法	448
GB/T 14540.3—93	复混肥料中锰的测定方法	451
GB/T 14540.4—93	复混肥料中锌的测定方法	457
NY/T 297—1995	有机肥料全氮的测定	463
NY/T 298—1995	有机肥料全磷的测定	466

NY/T 299—1995	有机肥料全钾的测定	469
NY/T 300—1995	有机肥料速效磷的测定	472
NY/T 301—1995	有机肥料速效钾的测定	475
NY/T 302—1995	有机肥料水分的测定	477
NY/T 303—1995	有机肥料粗灰分的测定	481
NY/T 304—1995	有机肥料有机物总量的测定	483
NY/T 305.1—1995	有机肥料铜的测定方法	485
NY/T 305.2—1995	有机肥料锌的测定方法	490
NY/T 305.3—1995	有机肥料铁的测定方法	495
NY/T 305.4—1995	有机肥料锰的测定方法	500
√HG 1—1143—78***	腐植酸铵肥料统一分析方法	505
√HG 1—1384—81***	钙镁磷钾肥统一分析方法	512
√HG 2220—91***	重过磷酸钙中磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法	518
√HG 2221—91***	重过磷酸钙中游离酸含量的测定 容量法	521
√HG 2222—91***	重过磷酸钙中游离水分的测定 真空烘箱法	523
√HG 2223—91***	粒状重过磷酸钙的粒度测定	525
√HG 2224—91***	粒状重过磷酸钙的颗粒平均抗压强度测定	527
HG 2559—94	化肥催化剂产品分类、型号和命名	528
HG/T 2782—1996	化肥催化剂颗粒抗压碎力的测定	538
HG 2842—1997	碳铵复混肥料中稀土元素的含量及测定(暂行)	541
√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	545
ZB G20 004—87	进口化肥检验方法 氮的测定方法	571
ZB G20 005—87	进口化肥检验方法 磷的测定方法	577
ZB G20 006—87	进口化肥检验方法 钾的测定方法	581
ZB G20 007—87	进口化肥检验方法 缩二脲的测定方法	585
ZB G20 008—87	进口化肥检验方法 氯离子的测定方法	590
ZB G20 009—87	进口化肥检验方法 游离酸的测定方法	594
ZB G20 010—87	进口化肥检验方法 钠的原子吸收分光光度测定方法	597
ZB G20 011—87	进口化肥检验方法 微量元素的原子吸收分光光度测定方法	601
JC 217—80	水泥窑灰钾肥化学分析方法	606

化肥、化学土壤调理剂

GB 535—1995	硫酸铵	611
GB 536—88	液体无水氨	628
GB 2440—91	尿素	630
GB 2945—89	硝酸铵	633
GB 2946—92	氯化铵	645
GB 3559—92	农业用碳酸氢铵	659
GB 10205—88	磷酸一铵、磷酸二铵(粒状)	665
GB 10206—88	料浆法磷酸一铵	668
GB 10510—89**	硝酸磷肥	671

*** 根据化工部对行业标准和专业标准的清理整顿和复审结果,已改为推荐性行业标准和专业标准。

GB 15063—94 复混肥料	674
NY 227—94 微生物肥料	685
HG 1—792—75*** 磷酸氢钙(饲料、肥料)	694
HG 2095—91*** 涂层尿素	703
HG 2219—91*** 粒状重过磷酸钙	717
HG 2321—92 磷肥二氢钾	720
HG 2427—93 氰氨化钙	732
HG 2557—94 钙镁磷肥	740
HG 2558—94 料浆法磷酸二铵	750
HG 2598—94 钙镁磷钾肥	753
HG 2740—95*** 过磷酸钙	760
ZB G21 001—86 农业用硫酸锌	770
ZB G21 005—87*** 腐植酸钠	779
ZB G21 006—89*** 农业用硫酸钾	789
ZB G21 007—90 多孔粒状硝酸铵	797
ZB G21 008—90 小联碱农业氯化铵	801
ZB G21 009—90 粉状磷酸一铵	814
JC 216—80 水泥窑灰钾肥	817
附录 部分标准清理整顿前后标准号对照表	820

土壤、肥料综合

土壤中氧化稀土总量的测定
对马尿酸偶氮氯膦分光光度法

UDC 631.423
:543

GB 6260—86

Determination of rare earth oxide content in soil
—Chlorophosphonazo-p-hippuric acid
photometric method

1 适用范围

本标准适用于一般土壤中氧化稀土总量的测定,测定范围:0.01~0.05%。

本标准不适用于 $\text{ThO}_2/\Sigma\text{RE}_2\text{O}_3^*>10\%$ 的试样的分析。

2 方法原理

试样以氢氧化钠、过氧化钠熔融,用三乙醇胺浸取以分离铁、钛、锰、硅、磷等。沉淀用盐酸溶解后再经氨水沉淀稀土以分离钙、镍等,最后在0.2~0.24M盐酸介质中稀土与对马尿酸偶氮氯膦生成蓝绿色络合物,用分光光度计于波长675nm**处测量其吸光度。

3 试剂

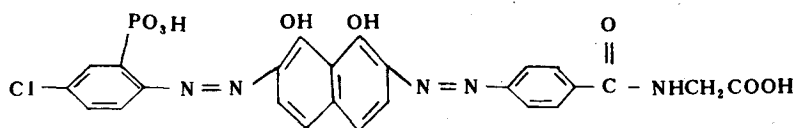
除注明者外均为分析纯,水为去离子水或蒸馏水。

- 3.1 氢氧化钠。
- 3.2 过氧化钠。
- 3.3 氢氧化钠溶液:2% (W/V)。
- 3.4 三乙醇胺。
- 3.5 氯化镁溶液:5% (W/V)。
- 3.6 盐酸:12M。
- 3.7 盐酸:6M。
- 3.8 盐酸:1.2M。
- 3.9 氨水:14M。
- 3.10 氨水:0.28M。
- 3.11 草酸溶液:5% (W/V)。
- 3.12 氟化铵溶液:2% (W/V)。
- 3.13 过氧化氢:30%。
- 3.14 对马尿酸偶氮氯膦溶液:武汉大学产,0.03% (W/V)。

* $\Sigma\text{RE}_2\text{O}_3$ 为氧化稀土总量。

** 由于试样所含稀土的配分(各单一稀土的相对比例)是未知的,因此按下法确定测定波长:分别取包头和龙南混合稀土标准10 μg ,按工作曲线绘制(7.3.5)方法进行显色,测定两者在660~680nm范围内不同波长下的吸光度,选择两者吸光度最相近的波长为测定波长。

结构式:



4 标准溶液

4.1 包头混合稀土标准贮备液: 称取0.2000g包头混合稀土氧化物(提纯方法见附录A)置于200ml烧杯中, 加20ml盐酸(3.7), 缓慢加热并逐次滴加总体积为1~2ml的过氧化氢(3.13), 待溶液清亮后蒸发至2~3ml。加10ml盐酸(3.6), 移入200ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此贮备液1ml含1mg氧化稀土。

4.2 包头混合稀土标准工作液: 移取贮备液10ml于200ml容量瓶中, 加4ml盐酸(3.6), 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1ml含50μg氧化稀土。用时移取上述溶液10ml于250ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此工作液1ml含2μg氧化稀土(可使用一周)。

4.3 龙南混合稀土标准贮备液: 称取0.2000g龙南混合稀土氧化物(提纯方法见附录A), 置于200ml烧杯中, 加20ml盐酸(3.7), 缓慢加热直至溶液清亮, 蒸发至体积为2~3ml, 加10ml盐酸(3.6), 移入200ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此贮备液1ml含1mg氧化稀土。

4.4 龙南混合稀土标准工作液: 移取贮备液10ml于200ml容量瓶中, 加4ml盐酸(3.6), 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1ml含50μg氧化稀土, 用时移取上述溶液10ml于250ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此工作液1ml含2μg氧化稀土(可使用一周)。

5 仪器

5.1 分光光度计。

5.2 天平(感量0.1mg)。

5.3 镍坩埚或高铝坩埚(30ml)。

6 试样

6.1 试样需全部通过筛孔为0.097mm筛(160目)。

6.2 试样需预先在105~110℃烘2h, 置于干燥器中冷至室温。

7 分析步骤

7.1 称取0.5g(准确至0.0001g)试样三份进行测定。

7.2 随同试样做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试样(7.1)置于盛有3g氢氧化钠(3.1)的坩埚(5.3)中, 加2g过氧化钠(3.2), 盖上坩埚盖并稍留缝隙, 置于电炉上驱除水分。移入680~720℃高温炉内熔融10min, 其间摇动一次, 取出, 冷却。

7.3.2 用滤纸擦净坩埚外壁, 置于400ml烧杯中, 加5ml三乙醇胺(3.4), 盖上表皿, 从杯嘴加入100ml近沸水浸取。取下表皿, 将坩埚用水洗净后取出*, 缓慢加入2ml氯化镁溶液(3.5)。盖上表皿, 加热煮沸1~2min, 取下静置。待沉淀物沉降后, 用中速定性滤纸过滤, 弃去滤液, 沉淀用热氢氧化钠溶液(3.3)洗4~5次。

* 如果坩埚内壁呈黄色, 需加10ml盐酸(3.8)洗坩埚内壁并将酸洗液合并于烧杯中。

7.3.3 将沉淀连同滤纸 (7.3.2) 放回原烧杯中, 加30ml 盐酸 (3.7), 盖上表皿, 低温加热至滤纸完全破碎, 煮沸 1 ~ 2 min。加热水至体积为150ml, 缓慢加入20ml 氨水 (3.9), 煮沸 1 ~ 2 min, 冷至室温, 用中速定性滤纸过滤, 弃去滤液。用氨水 (3.10) 洗烧杯及沉淀 3 ~ 4 次, 用20ml 80℃左右的盐酸 (3.7) 分四次溶解滤纸上的沉淀, 滤液接于原烧杯中。用80℃左右的热水洗滤纸 4 ~ 5 次。待滤液冷却至室温后转移到100ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

7.3.4 移取5.00ml 试液 (7.3.3) 于25ml 比色管中, 依次加10ml 水、1 ml 氟化铵溶液 (3.12)、1 ml 草酸溶液 (3.11)、4 ml 对马尿酸偶氮氯膦溶液 (3.14) 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置20min 后在1 h 内用3 cm 比色皿, 以随同试样的空白 (7.2) 为参比, 于分光光度计波长 675nm 处测量其吸光度, 从工作曲线上查出相应的氧化稀土总量。

7.3.5 工作曲线绘制

移取0.00 (试剂空白)、1.00、2.00、3.00、5.00、7.00ml 包头混合稀土标准工作液 (4.2) 或龙南混合稀土工作液 (4.4) 分别置于一组25ml 比色管中, 依次各加5 ml 盐酸 (3.8)、5 ml 水、1 ml 氟化铵溶液 (3.12)、1 ml 草酸溶液 (3.11)、4 ml 对马尿酸偶氮氯膦溶液 (3.14), 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置20min。在1 h 内用3 cm 比色皿, 以试剂空白作参比, 于分光光度计675nm 处测量其吸光度。以氧化稀土总量为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

8 分析结果计算

按下式计算氧化稀土总量的百分含量:

$$\Sigma RE_xO_y (\%) = \frac{m_1 \cdot V_0}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的氧化稀土总量, g;

V_0 ——试液总体积, ml;

V_1 ——移取试液体积, ml;

m_0 ——试样量, g。

分析结果表示到小数点后三位, 取其平均值。

9 允许偏差

分析结果的偏差值应不大于下表所列的允许范围。

氧化稀土含量, %	允许偏差, %
0.010~0.020	0.002
>0.020~0.050	0.003

附录 A

(补充件)

A.1 包头混合稀土氧化物的纯制

A.1.1 方法一

A.1.1.1 称取由内蒙产的包头稀土精矿 ($\Sigma RE_xO_y \% \approx 50\%$) 0.5g 于盛有 3g 氢氧化钠的镍坩埚中, 加 3g 过氧化钠, 置于电炉上烘去水分, 于 700~750℃ 高温炉内熔融 10 min (其间摇动一次) 取出冷却。

A.1.1.2 将坩埚置于 400ml 烧杯中, 加 10ml 三乙醇胺、120ml 近沸水浸出。将坩埚用水洗净后取出, 煮沸 1~2 min, 待沉淀物沉降后用快速定性滤纸过滤, 弃去滤液, 沉淀用热水洗 4~5 次。用 30ml 热的 6 M 盐酸分数次将沉淀从漏斗上溶解并接收于原烧杯中。滤液中加 100ml 水, 加热至近沸。缓慢加入 30ml 的 7 M 氨水, 煮沸 1~2 min, 放置冷却。

A.1.1.3 用快速定性滤纸过滤, 弃去滤液, 沉淀用热水洗 4~5 次。用 20ml 热的 6 M 盐酸分数次将沉淀从漏斗上溶解并接于原烧杯中。滤液中加 100ml 热水。逐滴加 6 M 氨水并调节 pH 至 2。加热煮沸, 加 100ml 近沸的 5% 草酸溶液, 煮沸 1 min, 冷却至室温。

A.1.1.4 用中速定量滤纸过滤, 弃去滤液。沉淀用 1% 草酸溶液洗 3~4 次。将沉淀连同滤纸放入瓷坩埚中, 在电炉上灰化后放入 800℃ 高温炉中灼烧 1 h 即得纯包头混合稀土氧化物。

A.1.2 方法二

称取由包头稀土矿提取制得的氯化稀土 1g 于 400ml 烧杯中, 加 30ml 6 M 盐酸、100ml 水, 加热至沸。缓慢加入 30ml 7 M 氨水, 煮沸 1~2 min, 放置冷却。以下按 A.1.1.3、A.1.1.4 操作。

包头混合稀土氧化物的各单一稀土相对含量 (%) 如下: $La_2O_3 \approx 27$; $CeO_2 \approx 50$; $Pr_6O_{11} \approx 5$; $Nd_2O_3 \approx 17$; $Sm_2O_3 \approx 0.3$; 其他小于 0.1。其氧化稀土总量的百分含量 $\Sigma RE_xO_y (\%)$ 应大于 99.9%。

A.2 龙南混合稀土氧化物的纯制

称取由江西龙南稀土矿制取的混合稀土氧化物 1g 于 400ml 烧杯中, 加 30ml 6 M 盐酸, 加热使沉淀完全溶清。加 100ml 水, 加热至近沸。缓慢加入 30ml 7 M 氨水, 煮沸 1~2 min, 放置冷却。以下按 A.1.1.3、A.1.1.4 操作。

龙南混合稀土氧化物的各单一稀土相对含量 (%) 如下: $La_2O_3 \approx 3$; $CeO_2 \approx 0.5$; $Pr_6O_{11} \approx 1$; $Nd_2O_3 \approx 6$; $Sm_2O_3 \approx 4$; $Eu_2O_3 \approx <0.1$; $Gd_2O_3 \approx 7$; $Tb_4O_7 \approx 1$; $Dy_2O_3 \approx 7$; $Ho_2O_3 \approx 1.5$; $Er_2O_3 \approx 4$; $Tm_2O_3 \approx 1$; $Yb_2O_3 \approx 5$; $Lu_2O_3 \approx 1$; $Y_2O_3 \approx 58$ 。其氧化稀土总量的百分含量 $\Sigma RE_xO_y (\%)$ 应大于 99.9%。

附加说明:

本标准由中华人民共和国农牧渔业部提出。

本标准由北京有色金属研究总院负责起草。

本标准由北京有色金属研究总院、北京有色金属与稀土应用研究所、河北师范学院起草。

本标准主要起草人刘文华、白继昌、丁儒乾。

本标准参加单位: 湖南分析测试研究所、包头稀土研究院、中国科技大学。

土壤水分测定法

Method for the determination
of soil water content

1 适用范围

本标准用于测定除石膏性土壤和有机土（含有机质20%以上的土壤）以外的各类土壤的水分含量。

2 测定原理

土壤样品在 105 ± 2 °C烘至恒重时的失重，即为土壤样品所含水分的质量。

3 仪器、设备

- 3.1 土钻；
- 3.2 土壤筛：孔径1 mm；
- 3.3 铝盒：小型的直径约40 mm，高约20 mm；
大型的直径约55 mm，高约28 mm；
- 3.4 分析天平：感量为0.001 g和0.01 g；
- 3.5 小型电热恒温烘箱；
- 3.6 干燥器：内盛变色硅胶或无水氯化钙。

4 试样的选取和制备

- 4.1 风干土样：选取有代表性的风干土壤样品，压碎，通过1 mm筛，混合均匀后备用。
- 4.2 新鲜土样：在田间用土钻取有代表性的新鲜土样，刮去土钻中的上部浮土，将土钻中部所需深度处的土壤约20 g，捏碎后迅速装入已知准确质量的大型铝盒内，盖紧，装入木箱或其他容器，带回室内，将铝盒外表擦拭干净，立即称重，尽早测定水分。

5 测定步骤

5.1 风干土样水分的测定

取小型铝盒在105 °C恒温箱中烘烤约2 h，移入干燥器内冷却至室温，称重，准确至0.001 g。用角勺将风干土样拌匀，舀取约5 g，均匀地平铺在铝盒中，盖好，称重，准确至0.001 g。将铝盒盖揭开，放在盒底下，置于已预热至 105 ± 2 °C的烘箱中烘烤6 h。取出，盖好，移入干燥器内冷却至室温（约需20 min），立即称重。风干土样水分的测定应做两份平行测定。

5.2 新鲜土样水分的测定

将盛有新鲜土样的大型铝盒在分析天平上称重，准确至0.01 g。揭开盒盖，放在盒底下，置于已预热至 105 ± 2 °C的烘箱中烘烤12 h。取出，盖好，在干燥器中冷却至室温（约需30 min），立即称重。新鲜土样水分的测定应做三份平行测定。

注：烘烤规定时间后一次称重，即达“恒重”。

6 测定结果的计算

6.1 计算公式

$$\text{水分(分析基), \%} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{水分(干基), \%} = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_0 ——烘干空铝盒质量, g;

m_1 ——烘干前铝盒及土样质量, g;

m_2 ——烘干后铝盒及土样质量, g。

6.2 平行测定的结果用算术平均值表示, 保留小数后一位。

6.3 平行测定结果的相差, 水分小于 5 % 的风干土样不得超过 0.2 %, 水分为 5 ~ 25 % 的潮湿土样不得超过 0.3 %, 水分大于 15 % 的大粒 (粒径约 10 mm) 粘重潮湿土样不得超过 0.7 % (相当于相对相差不大于 5 %)。

附加说明:

本标准由中华人民共和国农牧渔业部提出。

本标准由北京农业大学土化系负责起草。

本标准主要起草人李酉开、易小琳。

土壤全氮测定法
(半微量开氏法)

UDC 631.423

GB 7173—87

Method for the determination
of soil total nitrogen
(Semi-micro Kjeldahl method)

本标准适用于测定土壤全氮含量。

1 测定原理

样品在加速剂的参与下,用浓硫酸消煮时,各种含氮有机化合物,经过复杂的高温分解反应,转化为铵态氮。碱化后蒸馏出来的氨用硼酸吸收,以酸标准溶液滴定,求出土壤全氮含量(不包括全部硝态氮)。

包括硝态和亚硝态氮的全氮测定,在样品消煮前,需先用高锰酸钾将样品中的亚硝态氮氧化为硝态氮后,再用还原铁粉使全部硝态氮还原,转化成铵态氮。

2 仪器、设备

- 2.1 土壤样品粉碎机;
- 2.2 玛瑙研钵;
- 2.3 土壤筛:孔径1.0mm(18目);0.25mm(60目);
- 2.4 分析天平:感量为0.0001g;
- 2.5 硬质开氏烧瓶:容积50ml,100ml;
- 2.6 半微量定氮蒸馏装置;
- 2.7 半微量滴定管:容积10ml,25ml;
- 2.8 锥形瓶:容积150ml;
- 2.9 电炉:300W变温电炉。

3 试剂

- 3.1 硫酸(GB 625—77):化学纯;
- 3.2 硫酸(GB 625—77)或盐酸(GB 622—77):分析纯,0.005mol/L硫酸或0.01mol/L盐酸标准溶液;
- 3.3 氢氧化钠(GB 629—81):工业用或化学纯,10mol/L氢氧化钠溶液;
- 3.4 硼酸—指示剂混合液;
 - 3.4.1 硼酸(GB 628—78):分析纯,2%溶液(W/V);
 - 3.4.2 混合指示剂:0.5g溴甲酚绿(HG 3—1220—79)和0.1g甲基红(HG 3—958—76)于玛瑙研钵中,加入少量95%乙醇,研磨至指示剂全部溶解后,加95%乙醇至100ml。使用前,每升硼酸溶液中加20ml混合指示剂,并用稀碱调节至红紫色(pH值约4.5)。此液放置时间不宜过长,如在使用过程中pH值有变化,需随时用稀酸或稀碱调节之。
- 3.5 加速剂:100g硫酸钾(HG 3—920—76,化学纯),10g五水合硫酸铜(GB 665—78,化学