

899466

FEILIAO FENXI FANGFA

肥料分析方法

[日] 农林水产省农业技术研究所

09

化学工业出版社

肥料分析方法

〔日〕农林水产省农业技术研究所

陆薇华 译

屈继贤 校

化学工业出版社

日本农林省农业技术研究所于1962年出版《肥料分析方法》第一版，以后分别于1966年，1972年，1977年出版了修订本。本书是1977年版的修订本。

《肥料分析方法》是介绍日本关于肥料分析的法定标准分析方法。并配合出版了几个版次的肥料分析方法解说书。我社曾于1983年出版了日本1972年版的《肥料分析方法详解》一书，对我国化学肥料的研究和生产，特别是对肥料分析的标准化工作起了积极作用。

·本书按1982年版《肥料分析方法》翻译而成。共分6部分：1. 总则；2. 取样；3. 水分；4. 主要成分；5. 其他成分；6. 参考。在内容上较前一版增加了不少新的分析方法，有些老的分析方法已被取代或进行了增补，还采用了一些有发展方向的肥料分析方法。

本书可供农业和化学工业部门从事肥料分析、研究和生产的有关技术人员参考。

肥料分析法

(1982年版)

昭和57年12月

农林水産省農業技術研究所
茨城県筑波郡谷田町観音台3丁目

肥料分析方法

(日)农林水産省农业技术研究所

陆薇华 译

屈继贤 校

责任编辑：骆文敏

封面设计：任辉

*

化学工业出版社出版发行

(北京和平里七区十六号楼)

化学工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所经销

*

开本787×1092¹/₃₂印张4⁷/₈字数109千字

1988年10月第1版1988年10月北京第1次印刷

印 数 1—2,350

ISBN 7-5025-0163-0/TQ·125

定价1.60元

序

自大正二年（一九一三年）三月农业试验站的《肥料分析方法》问世以来，已过七十年。在此期间，随着肥料品种的增多和分析方法的进步、发展，本书曾作了多次增补修订。

此次版本是在昭和五十二年（一九七七年）三月的版本基础上修订发行的，本版本首先完成了氮的德瓦达合金——硫酸法、铝、铁、硒、砷、缩二脲等的原子吸收分光光度法和汞的加热气化法等的研究，并将这些新方法取代老分析方法或者进行补充。另外，对于其它老分析方法明确了由废物制成的肥料要改变其测定条件，此外，还积极地采用了电感耦合等离子体发射光谱法、离子交换色谱、铀的定量法，这些方法显示了今后的发展方向。

本书若对各位从事农业工作的人士能起到参考作用，将不胜荣幸。

另外，本版的修订工作主要是由农林水产省的山添文雄、越野正义、二宫啓辅、田中房江、中岛秀治等五位先生负责进行的。

农业技术研究所所长

坂井健吉

目 录

1. 总则

1.1 原子量	1
1.2 重量和体积	1
1.3 温度	1
1.4 试剂	2
1.5 仪器分析	3
1.6 用语	3

2. 取样

2.1 取样法	3
2.2 试样制备法	4

3. 水分

3.1 加热减量法	6
-----------	---

4. 主要成分

4.1 氮	7
4.1.1 总氮量	7
4.1.1.1 硫酸法 (不含硝酸态氮的场合)	7
4.1.1.2 德瓦达合金——硫酸法 (含有硝酸态氮的场合)	10
4.1.1.3 还原铁——硫酸法 (含有硝酸态氮的场合)	10
4.1.2 氨态氮	11
4.1.2.1 蒸馏法	11
4.1.2.2 通气法	12
4.1.2.3 甲醛法	13
4.1.3 硝酸态氮	15
4.1.3.1 还原铁法	15

4.1.3.2 德瓦达合金法	15
4.1.3.3 紫外分光光度法	16
4.1.3.4 苯酚-硫酸法	17
4.1.4 酰胺态氮	19
4.1.4.1 尿素酶法	19
4.1.5 胍氮态氮	21
4.1.5.1 硝酸银法	21
4.2 五氧化二磷(磷)	23
4.2.1 喹啉重量法	23
4.2.2 喹啉容量法	28
4.2.3 钒钼酸铵法	29
4.3 钾	33
4.3.1 四苯硼酸钠重量法	33
4.3.2 四苯硼酸钠容量法	36
4.3.3 火焰光度法或原子吸收分光光度法	39
4.4 硅(二氧化硅)	41
4.4.1 盐酸法	41
4.4.2 高氯酸法	43
4.4.3 氟化钾法	44
4.5 钙(氧化钙)和碱份	45
4.5.1 钙(氧化钙)	45
4.5.1.1 草酸铵法	45
4.5.1.2 原子吸收分光光度法	47
4.5.2 碱份	48
4.5.2.1 盐酸法	48
4.5.2.2 乙二胺四乙酸二钠盐法	49
4.6 镁(氧化镁)	51
4.6.1 乙二胺四乙酸二钠盐法	51
4.6.2 原子吸收分光光度法	54
4.7 锰	55

4.7.1 铋酸钠法	55
4.7.2 高碘酸钾法	57
4.7.3 原子吸收分光光度法	59
4.8 硼	60
4.8.1 甘露糖醇法	60
4.8.2 姜黄素法	63
4.8.3 甲亚胺H 法	65
5. 其他成分	
5.1 锌	67
5.1.1 二苯砷醇法	67
5.1.2 原子吸收分光光度法	69
5.2 亚硝酸	71
5.2.1 磺胺-萘乙二胺 法	71
5.3 亚硫酸	73
5.3.1 碘量法	73
5.4 盐酸不溶物 (砂土)	74
5.4.1 盐酸法	74
5.5 氯和氯化物	75
5.5.1 硝酸银法	75
5.6 镉	76
5.6.1 原子吸收分光光度法	76
5.6.2 阳极溶出伏安法	80
5.7 铬	82
5.7.1 二苯卡巴肼法	82
5.7.2 原子吸收分光光度法	84
5.8 钴	86
5.8.1 二乙基二硫代氨基甲酸钠法	86
5.8.2 原子吸收分光光度法	88
5.9 倍半氧化物〔氧化铝和氧化铁 (Ⅲ) 的含量〕	89
5.9.1 醋酸铵法	89

5.9.2 8-羟基喹啉·····	90
5.9.3 原子吸收分光光度法·····	92
5.10 双氰胺态氮·····	93
5.10.1 镍胂基胂法·····	93
5.11 汞·····	95
5.11.1 还原气化法·····	95
5.11.2 加热气化法·····	98
5.12. 磺酰胺酸 (氨基磺酸) ·····	99
5.12.1 亚硝酸钠法·····	99
5.13 硒·····	101
5.13.1 二氨基联苯胺法·····	101
5.13.2 原子吸收分光光度法·····	103
5.14 硫 (代) 氰酸盐 (硫氰化物) ·····	104
5.14.1 硫酸铜法·····	104
5.15 钛·····	105
5.15.1 过氧化氢法·····	105
5.16 铁·····	106
5.16.1 邻菲罗啉法 (或联吡啶法) ·····	106
5.16.2 原子吸收分光光度法·····	108
5.17 铜·····	110
5.17.1 二乙基二硫代氨基甲酸钠法·····	110
5.17.2 原子吸收分光光度法·····	111
5.17.3 阳极溶出伏安法·····	112
5.18 铅·····	113
5.18.1 原子吸收分光光度法·····	113
5.18.2 阳极溶出伏安法·····	114
5.19 二氧化碳·····	115
5.19.1 氟代钼法·····	115
5.20 镍·····	117
5.20.1 丁二酮肟法·····	117

5.20.2 原子吸收分光光度法	118
5.21 钒	120
5.21.1 吡啶偶氮-间苯二酚法	120
5.22 缩二脲态氮	121
5.22.1 硫酸铜法	121
5.22.2 铜络合盐法	123
5.22.3 原子吸收分光光度法	124
5.23 砷	126
5.23.1 二乙基二硫代氨基甲酸银法	126
5.23.2 原子吸收分光光度法	128
5.24 氟	130
5.24.1 茜素络合酮法	130
5.24.2 离子选择电极法	132
5.25 钼	134
5.25.1 硫氰酸钠法	134
5.25.2 原子吸收分光光度法	135
5.26 游离硫酸	136
5.26.1 碱量法(酸分)	136
5.27 游离磷酸	137
5.27.1 丙酮-乙醚法	137
5.28 涂膜肥料的溶解率	138
5.28.1 水中静置法	138
6. 参 考	
6.1 pH	139
6.1.1 玻璃电极法	139
6.2 可溶性磷(五氧化二磷)——柠檬酸二铵溶液法	140
6.3 可溶性硅(二氧化硅)——醋酸盐缓冲溶液法	141
6.4 各种元素——电感耦合等离子(ICP)发射光谱法	142
6.5 阴离子——离子交换色谱法	143
6.6 铀	144

6.6.1 8-羟基喹啉法.....	144
6.7 硫脲.....	146
6.7.1 亚硝基铁氰化钠法.....	146

1 总 则

1.1 原 子 量

本分析法所使用的各元素的原子量，见附录原子量表。

1.2 重量和体积

本分析法中所谓“准确地”进行操作一词，在重量计量的情况下，指用化学天平称量，精确度在1mg以内；在体积计量的情况下，系指用全节移液管、滴定管或者容量瓶准确计量。另外，书中在重量和体积的数值前如写有“约”字时，则可用简易的计量器（如台式天平、刻度量筒等）计量。

1.3 温 度

1) 本书中所指的“标准温度”为20℃，常温为15~25℃，室温为1~35℃。

2) 本书中所指的“低温（冷）处”，除特别指明外，一般为1~15℃的地方。

3) 本书中所指的“温水”，一般为40℃~60℃，热水为60℃以上，冷水为15℃以下。

4) 本书中所指的“在水浴上（或水浴中）加热（或蒸发）”一语，除特别指明的温度外，系指用近100℃的沸水加热（或蒸发）。

1.4 试 剂

1) 本分析法中使用的试剂 均为化学试剂, 除特别指定的试剂外, 均为JIS一级以上的合格品 或纯度与之相当的试剂。但是对于锌、水银、铅等微量元素的测定须使用精密分析用的高纯度的试剂。

2) 本分析法中使用的醋酸、盐酸、高氯酸、硝酸、磷酸、硫酸及氨水, 除特别规定的浓度以外, 均按下表所列出的浓度。

试 剂	比 重	% (重 量)
醋酸($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$)	1.05	99~100
盐酸(HCl)	1.18	约35
高氯酸(HClO_4)	1.55	60~62
硝酸(HNO_3)	1.38	60~62
磷酸(H_3PO_4)	1.69	约85
硫酸(H_2SO_4)	1.84	约95
氨水(NH_3)	0.90	约28

3) 本法所表示的试剂量, 除特别规定外, 所有 含有结晶水的试剂, 均包含结晶水重量。

4) 在分析中所指的水, 均为蒸馏水 或脱盐水 (经离子交换而精制得到的水)。

5) 本分析法所指的试剂溶液, 除特别指定的 溶剂外, 均系水溶液。

6) 本分析法中对试剂稀释的比例, 简略表示为 $(a+b)$ 。此时, 数字a为原试剂的体积, b为水的体积。

7) 本分析法中所称的醇, 均系乙醇。其浓度按 体积(容量)百分比表示, 而单纯的乙醇系指其无水物 (99.5%以上)。

1.5 仪器分析

在采用原子吸收分光光度法等仪器分析中,根据JIS分析法通则(例如原子吸收分光光度法是JIS K 0121)和仪器使用说明等,有必要预先给定测定的最佳条件。该分析法所表示的测定条件、浓度范围等仅表示一例,因而必须注意不同仪器会产生相当大的变化。

1.6 用语

本分析法中的术语主要根据《文部省学术用语集、化学编》而使用的,故与肥料管理法有关法令用的术语会有不同。

2 取 样

2.1 取 样 法

1) 对于一个由麻袋、草袋、罐等盛装的肥料取样时,将其中的物料全部倒在清洁的地板上或者放入合适的器具中,混合均匀后,采用分样器的方法、逐步缩分法(按JIS M 8100)进行缩分,或者根据条件,可用圆锥四分法进行缩分。缩分后的试样都应取200g以上,把试样装入玻璃瓶或者适当的容器中密封。但是,如果认为用取样探子能取到有代表性的样品时,可以从容器的四个角沿着各自的对角线插入探子取样也可以。

2) 对一个固体块状肥料(油渣、肉渣等)取样时,将其全部或取几个部分粉碎,倒在清洁的地板上或适当的容器中进行充分混合后,根据1)缩分得到少量样品(200g以上),装在

密封的玻璃瓶或适当的容器中。

3) 对一个容器中的液体肥料取样时, 容器内的物料经充分混合均匀后取出一部分样品 (200g以上)。并将此样品装入密封的玻璃瓶或适当的容器中。

4) 前面各项所记载的肥料原料的样品有两个以上时, 要取能代表全部肥料的试样, 根据下表所列数据分别随机取出小批样品。再根据前面叙述的从这些小批样品中, 分别单个采取等量的试样, 然后将试样集中在一起混合均匀。若是液体肥料, 则从中取出一部分样品 (200g以上), 其他肥料再按前面1) 所叙述的缩分方法取出少量的样品 (200g以上), 并将取得的样品装入密封的玻璃瓶或者适当的容器中。

每批量(袋)	取出袋数	每批量(t)	取样部位数
5以下	全部	1以下	4~8
6~50	4~6	1~2	5~8
51~100	5~8	2~5	6~10
101~500	6~10	5~10	8~15
501以上	8~15	10以上	8~20

5) 对散装肥料取样时, 根据其堆积的大小, 按照上表中取样部位数进行随机取样。所取出的样品移到清洁的地板上, 或者适当的容器中进行充分混合后, 按前面1) 所叙述的缩分方法取出少量样品 (200g以上), 然后装在玻璃瓶或适当的容器中密闭。

2.2 试样制备法

试样除特别指定的外, 要根据下面所叙述的步骤进行制

备，并储藏在磨口玻璃瓶或者密闭的容器中，作为分析试样。

制备试样时，操作要尽可能迅速进行，使试样中的水分不致增减。

制备试样所使用的筛子是日本工业标准（JIS）所规定的标准筛子或者相当于 JIS 的标准筛子。一般，在制备时首先让物料通过筛子，之后只将筛网上的那部分物料进行粉碎（以通过筛子为度，切勿强烈粉碎），再通过筛子，这样反复进行操作直至物料全部通过筛子。

1) 试样如已干燥，除了下面所指的肥料外，根据前面所叙述的方法进行粉碎（无机肥料用瓷研钵进行研碎），使其通过 500μ 筛网，并充分混合。

i) 粉碎带有粘性的样品，进行筛分较困难，所以只需粉碎后充分混合即可。

ii) 毛屑、羽毛及棉子壳可用剪刀或剪切机切断成微细样品再混合均匀。

iii) 熔融磷肥（钙镁磷肥）、烧结磷肥、硅肥、石灰肥料、镁肥等试样要通过 $210\mu\text{m}$ 筛网、并充分混和。

2) 试样是潮湿的，取其全部或混和后取约 500g，称重后在日光下或者低温下充分干燥，并在室内放置一昼夜呈风干状态，再称重后，根据前记1)的方法制备样品，其分析值要换算成原样品的含量。

3) 像粪尿等液态肥料，经充分搅拌混合后，通过 $2830\mu\text{m}$ 筛网。

4) 混有非分析成分的粗大物质时，首先将其除掉，并计算其占原样品中的比例，所得分析值换算成原样品的含量。

3 水 份

3.1 加热减量法

A 适用范围

本法适用于测定肥料和肥料原料中的水份。作为水份是以吸附水为对象的水，实际上在一定的加热条件下所损失的水份均包括在此范围。

B 装置

定温烘箱：能够保持指示的温度在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 范围的装置。

C 测定

准确称取2~5g分析试样于扁形称量瓶（直径5cm，高3cm）中，在 100°C 下，干燥5小时后，准确称重，其损失量为水份。

但以下所列举的肥料要按照各项所叙述的方法进行测定。

1) 过磷酸钙、重过磷酸钙以及含有此两种物质的肥料：准确称取分析样品5g于扁形称量瓶中，在 100°C 下，干燥3小时后，准确称重，其损失量为水份。

2) 硫酸铵、硝酸钠和钾盐类：准确称取分析试样2~5g于扁形称量瓶中，在 130°C 下进行干燥直至恒重，再准确称重，其损失量为水份。但是，对含有较多的镁盐的钾盐加热时，因有氯化氢逸出，所以在这种情况下要用预先干燥过的氧化铅（ PbO ）覆盖后，再进行干燥。

3) 含有挥发性物质的肥料：准确称取2~5g分析样品于扁形称量瓶中，在 100°C 下干燥5小时后，准确称重，其损失量

即为水份和挥发份之和。另外，再定量测定挥发份，此两个测定值之差就是水分。例如含有海鸟粪肥或者磷酸二铵的肥料经测定处理前后的总氮量，将两次测定值的差换算成氨（ NH_3 ），即为挥发份量。另外，碳酸氢钾（重碳酸钾）定量测定处理前后的二氧化碳（ CO_2 ）所得的两次差即为挥发份量。

4) 液体肥料：先称取约10g的硅砂（预先用盐酸浸取再用水充分洗涤干净后，烘干至灼热状态）于蒸发皿中，在 100°C 下干燥，准确称重后，加入分析样品5~20g，使其吸附于硅砂上，再准确称重并在水浴上蒸发，然后在 100°C 下干燥至恒重，经准确称重后，其损失量为水份。

但是含有挥发份时，要按前面3)所叙述的方法，另外定量测定挥发份，并且校正其分析结果。

5) 尿素及含尿素的肥料：准确称取5g分析样品于扁型称量瓶中，在 75°C 下干燥4小时后准确称重，其损失量为水份。

但是若含有挥发份时，应按前面3)所叙述的方法，另外定量测定挥发份，并且校正其分析结果。

4 主 要 成 份

4.1 氮

4.1.1 总氮量

4.1.1.1 硫酸法（不含硝酸态氮的场合）

A 适用范围

以含氮肥料和肥料原料为对象，如含有硝酸盐时，其中的氮不能测定，使测定结果偏低。故应预先确证是否含有硝酸盐，