

農 學 叢 書

實用肥料分析法

趙 雲 夢 編 著

正 中 書 局 印 行

版權所有
翻印必究

中華民國三十年九月初版
中華民國三十四年十一月滬復一版

實用肥料分析法

全一冊 實售國幣七角

(外埠酌加運費匯費)

編 著 者 趙 雲 夢

發 行 人 吳 秉 常

印 刷 所 正 中 書 局

發 行 所 正 中 書 局

(1384)

序

本書所選錄之方法，多著者所習用，自信頗爲精確，且合實用。國內農業專科學校與大學農學院固可採作肥料分析之教本，即研究肥料與從事肥料分析工作者，亦可用作參考也。

本書關於各種分析方法之實施，分列試藥，儀器，手續，計算等項。儀器試藥，僅舉首要。手續一項，更標出目的，分段敘述。計算方法，不厭繁瑣，力求詳明，期啓讀者從事計算之途徑。

書末所附錄之原子量表，計算分析物質乘數表，波美 (Beaumé) 度與液體比重比較表，及酸鹼類溶液比重表等，爲計算分析結果與配製試藥所必需。惟乘數表係自兩種不同書籍選錄，乘數微有出入，著者爲計算便利，以採至小數後四位爲原則。

著者才短學疎，遺漏錯誤，自所難免，倘蒙專家賜教，無任欣幸！

趙雲夢二十八年六月識於陝西武功國立西北農學院

目次

第一篇 通論

第一章	溶液與試藥	1
第二章	儀器	2
第三章	基本操作	3
第四章	樣品之採取	4
第五章	分析法	6
第六章	肥料之分類	7

第二篇 肥料之定性分析

第一章	氮素之檢驗	9
第二章	磷之檢驗	10
第三章	鉀之檢驗	10

第三篇 肥料之定量分析

第一章	普通分析法	12
第一節	氮素之定量	12
第二節	磷之定量	27
第三節	鉀之定量（過氯酸鉀法）	40
第四節	石灰之定量	50
第五節	水分之定量	54

第二章 特別分析法	55
第一節 硫酸銨之分析	55
第二節 硝酸鉀之分析	58
第三節 氯化鉀之分析	63
第四節 硫酸鉀之分析	64
第五節 灰類之分析	65
第六節 海鳥糞之分析	68
第七節 血粉肉粉蹄角粉皮粉之分析	69
第八節 商品混合肥料之分析	70
第九節 廢肥之分析	72
第十節 糞湯或廢肥漏出液之分析	75
第十一節 糞粉或乾糞之分析	78
第十二節 糞尿之分析	80
第十三節 油餅類之分析	82
第十四節 污水或陰溝水之分析	83
第十五節 石灰類之分析	85
第十六節 石灰石與泥灰石之分析	87
第十七節 石膏之分析	90

附 錄

(一)重要元素之原子量表(二)計算分析物質乘數表(三)波美度與液體比重比較表(四)鹽酸之比重表(五)硝酸之比重表(六)硫酸之比重表(七)醋酸之比重表(八)氫氧化鉀液之比重表(九)氫氧化鈉液之比重表(十)氫氧化銨之比重表

第二章 通論

第一章 溶液與試藥

進行分析所需用之溶液與試藥如次：

- (一)酸 類： (1)礦質酸： 硝酸，鹽酸，硫酸，過氯酸，王水。
(2)有機酸： 冰醋酸，檸檬酸，草酸。
- (二)鹼 類： 氫氧化銨，氫氧化鈉，熟石灰，氧化鎂。
- (三)溶 劑： 蒸餾水，酒精。
- (四)標 準 液： 硫酸規定液，硝酸銀規定液，硝酸鉀標準液，硝酸鈉標準液，氫氧化鈉規定液，高錳酸鉀規定液，硝酸規定液，鹽酸規定液。
- (五)水 溶 液： 氫氧化鈉液，碳酸銨液，碳酸鈉飽和液，檸檬酸銨液，硝酸銨液，含硝酸鉍酸銨液，草酸銨飽和液，硝酸鉍液，氯化鉍液，鉻酸鉀液，氯化亞鐵液，氯化鐵液，鎂合劑，甲基紅液，甲基橙液，溴酚藍液。
- (六)酒精溶液： 酚酞液。
- (七)鹽 類： 氯化銨，氯化鎂，亞硝酸鈉，硝酸鈷，硝酸銨，草酸鈣，硫酸銅，硫酸鉀，鹼式硝酸鉍，硫代硫

酸鈉 硝酸鉀, 硝酸鈉, 高錳酸鉀, 過氯酸鉀, 硝酸銀。

(八) 金屬: 鋅粉, 鐵末, 銅屑。

(九) 其他: 紅藍石蕊試紙, 浮石, 酚, Devorda 氏合金, Nessler 氏試藥等。

第二章 儀器

欲作各種分析工作, 須有以下之儀器:

(一) 玻璃製: (1) 刻度儀器: 滴定管, 集氣筒(100 c.c.)。

(2) 容量儀器: 量瓶: 1000 c.c., 500 c.c.,
200 c.c., 150 c.c.,
100 c.c., 50 c.c.。

吸量管: 40 c.c., 20 c.c.,
10 c.c., 5 c.c.。

(3) 他種儀器: 燒瓶, Kje'dahl 燒瓶, 研鉢
(附杵), 硬質燒杯(100-300
c.c.), 普通燒杯(100-1000
c.c.), 漏斗, 試管, 玻棒, 洗
瓶。

(二) 磁製: 圓底磁皿: 1000 c.c., 30-300 c.c.; 平底磁
皿: 50-300 c.c., 陶土三角, 磁坩堝。

(三) 濾紙: 普通濾紙, 無灰濾紙。

(四) 金屬製: 精確天平(定量天平, 感應 1 毫克), 載重天

平, 乾燥箱, 砂盤, 噴燈, 噴燈架。

(五) 木 製: 木夾, 試管架。

(六) 特用儀器: 歐班氏裝置, 施雷津氏裝置, 硫酸乾燥器, 二氧化碳定量器等。

第三章 基本操作

分析工作之基本操作如下:

(一) 粉碎 粉碎工作可於 磁製或玻璃製 研鉢中舉行, 再用篩 (100號篩) 篩過。

(二) 沉澱 使物質沉澱, 可用固體或液體或氣體試藥, 而由攪拌以促進之。沉澱作用應使完全, 通常係於已澄清之液體中, 再注加沉澱用試藥一滴, 察其是否再有沉澱發生以決定。但應用試藥使物質沉澱, 宜避免過量加入, 此因有時試藥又能使一部沉澱復行溶解故也。總之, 使物質沉澱, 無論何時均須依指定方式工作。

(三) 沉澱之分離

(1) 傾瀉 普通須舉行多次, 欲使沉澱聚集容易, 可以墊板微使燒杯傾斜。將燒杯舉起 使液體沿玻棒流注於有濾紙之漏斗上。

(2) 過濾 過濾宜用白色濾紙。欲秤量煅燒後之沉澱, 則用無灰濾紙。此種濾紙煅燒後之重量極微, 可以忽略不計。

濾紙之大小, 以紙邊不超出漏斗之邊緣為適當, 從事本書內各實驗所用之濾紙, 以採用直徑約 10—11 厘米者為相宜。

欲取下附着於杯壁之沉澱, 宜用澱帚 (policeman) (即一端裝有小段膠皮管, 管口由內向外捲折之玻棒) 小心刷拭。以洗瓶將沉澱洗

聚於濾紙之底部。

(四)洗滌：此種手續乃將一切可以溶解之雜質由沉澱中除去。洗滌普通係用蒸餾水行之。或用冷水，或用熱水，須視情形而定。每次用量以可能少為原則，並須候所注入之液體，完全濾過後，再加入新液以繼續洗滌，直至洗液不復含有雜質之痕跡為止。洗液之是否含有雜質痕跡，可用適宜之試藥以檢驗之。

(五)乾燥 乾燥應用乾燥箱，箱壁間裝入水或油，視吾人所需要之溫度而定。有時亦有以砂盤進行乾燥者。當進行此種操作時，至相當之時間後，可每隔一刻鐘秤乾燥物一次，直至其重量不復改變，方可視為已經乾燥。

(六)煅燒 普通在鉗坩堝或磁坩堝中舉行，坩堝 於陶土三角上，而以噴燈 * 燒之。煅燒之初，應緩緩加熱避免物質之瀑濺與損失。最初先使分離沉澱之濾紙燃燒，冷後於灰上加硫酸或王水一滴，小心蒸乾，然後加入沉澱，並於指定之溫度下煅燒。

(七)秤量 秤量應用雙秤法 (méthode de double pesé)、當坩堝尚熱時，不宜舉行秤量。

熱坩堝應放置於預置有硫酸少許之鐘罩下，或放置於有硫酸或氯化鈣之乾燥器中。

第四章 樣品之採取

樣品為分析之基礎，採取極為困難，故應特別注意，今依普通順序，撮要分述於下：

* 國內農業化學實驗室，有煤氣與電力設置者較少，故煅燒用具，僅限噴燈。

(一)裝袋粉狀肥料 當肥料爲粉狀時，此爲普通之情形，如係裝袋者，可先將袋之一角拆開，於其中伸入採樣器 (sonde)，向對角之方向採取。同樣於每袋中採樣品一份，再將由各袋中所取得之樣品聚集於油布或油紙上，並以手或竹板攪和均勻後，可取出三四百克，置於瓶或瓶中，以作爲樣品。

(二)裝桶粉狀肥料 裝桶粉狀肥料，可以螺旋錐於桶之兩底，距桶軸稍遠處，各穿一適可導入採樣器之孔，以採取樣品。其他手續均與上同。

(三)裝桶或裝袋成塊肥料 當肥料爲堅實塊狀，而盛於袋中或桶內時，則可任意選取數袋或數桶，倒出於潔淨之地板或石板上，以鎚混和，並於各點採取肥料數鎚，另行混合，以槌擊碎，再混和均勻而裝入瓶或金屬箱中。

(四)粉狀或塊狀成堆肥料 成堆肥料亦可用採樣器於其中採樣品，但應注意將此器穿至堆之各部，如堆之體積過大，可於其中部挖一長坑，爲精確計，宜多取數點，露出部分亦包括於其中。

(五)不同質之肥料 不同質之物質，如物屑碎布等，堆積成堆，須先妥爲攪拌混和，再於此混合物之各處，各取物質少許，並將所取得者再全部混和，然後可取作分析用之樣品。

(六)液體或成塊肥料 固形或液體肥料（例如糞尿），如爲同質，可以鎚混和而裝入瓶中，如分爲一較流動一較堅固之兩部時，須取其在檢驗體中存在之比例。其液體部分，可先用力攪拌，不使沉澱，速取與固體成比例之量；至其固體部分，則可先以鎚分開，亦於其中取等比量之樣品，將二者同裝於廣口瓶中即可。

(七)其他注意事項 採取樣品時，如發現其中有石塊或其他攪雜物，不可隨意棄去。可將此等物質在肥料中存在之比例算出，然後即以此比例攪入所取之樣品中。

第五章 分析法

第一節 樣品之調製

樣品應搗至十分均勻狀態。

第二節 有用元素之定量

(一) 氮素

(1) 氨態氮素 於鹼類存在時，用上升蛇形儀器 (appareil à serpentín ascendant) 將物質與水蒸餾，而收集其氨態氮素於定體積之規定酸液中。

(2) 硝酸態氮素 以氯化亞鐵液共同煮沸，將硝酸氮素變為氧化氮，並與已知純硝酸鹽量所得氧化氮之體積相比較。

或利用活性氫，將硝酸鹽還原為氨，而收集於定體積之規定酸液中。

(3) 有機態氮素 將有機態氮素與鈉石灰加熱，使變為氨，收集於規定酸液中而測定之。如能將肥料中之硝酸鹽預先除去，更可以硫酸加少許硫酸銅與硫酸鉀處理，以使有機氮素變為硫酸銨態，而用氨態氮素之定量法以測定之。

(二) 磷酐(P_2O_5)

(1) 全磷酐 將肥料溶解於鹽酸中，並將氧化鐵與礬土保持溶

解，石灰由檸檬酸銨保持溶解。使其中所含之磷分沉澱為磷酸銨鎂，再煨燒以使變為焦性磷酸鎂，而秤量之。設石灰量過多，則可預先以草酸銨消除之。

或將肥料以硝酸溶解，加硝酸銨，用鉬酸銨以使之沉澱為磷鉬酸銨。以氫氧化鈉將沉澱溶解，並以規定硝酸或鹽酸以滴定之。

(2) 水溶磷酐 以蒸餾水處理物質，避免接觸時間之過長，過濾，在濾液中使磷酐沉澱。其定量手續與前同。

(3) 檸檬酸銨溶磷酐 以鹼性檸檬酸銨於冷時處理物質，使其接觸延長至 12 小時，並在溶液中使磷酐沉澱為磷酸銨鎂。

(三) 水溶鉀鹽

(1) 過氯酸鉀定量法 使肥料中之鉀變為過氯酸鉀，以酒精洗滌，候乾燥後，秤量之。

(2) 鉍氯化鉀定量法 使鉀鹽變為鉍氯化鉀，以酒精洗滌，並使之乾燥後，秤量之。

(3) 亞硝酸鉍鉀鈉定量法 將鉀鹽沉澱為亞硝酸鉍鉀鈉，或洗滌乾燥，直接秤量沉澱，或將亞硝酸鉍鉀鈉沉澱洗滌後，再加硫酸，直接由高錳酸鉀滴定。

第六章 肥料之分類

(一) 鉀肥料

(1) 氯化鉀 (2) 硫酸鉀 (3) 鉀鹽 (4) 粗鉀鹽

(二) 氮鉀肥料 硝酸鉀

(三) 磷鉀肥料 草木灰

(四)磷肥料

- (1)天然磷酸鈣 (2)鐵渣磷酸 (3)去膠骨灰 (4)
過磷酸鈣 (5)沉澱磷酸鈣

(五)氮磷肥料

- (1)海鳥糞 (2)骨粉 (3)糖廠獸炭

(六)氮肥料

- (1)硝酸鈉 (2)硫酸銨 (3)血粉與肉粉 (4)蹄角
粉 (5)羽毛等殘物

(七)氮磷鉀肥料

- (1)廐肥 (2)糞尿 (3)糞粉 (4)垃圾 (5)油餅
(6)糞湯 (7)污水

(八)石灰質肥料

- (1)石灰 (2)石灰石與泥灰石 (3)蚌殼灰 (4)石膏

第二篇 肥料之定性分析

第一章 氮素之檢驗

(一) 氨態氮素 秤肥料 2—3 克，溶於 8—10 c.c. 蒸餾水中，振盪。傾注液體於濾紙上，收集濾液於一試管中，加入固體氫氧化鈉或氫氧化鉀一小塊，加熱則有氨發生，可由其特臭知之。以玻棒蘸鹽酸與試管口接近，即發生白烟。紅色潮濕石蕊試紙變為藍色（不宜與試管之邊緣接觸）。

(二) 硝酸態氮素 將上試驗中濾紙上所餘肥料，以少量熱水洗滌。在濾液中以次之方法，檢驗硝酸態氮素。

(1) 傾注濾液 2 c.c. 於試管中。加入銅屑數片與濃硫酸 2 c.c.，緩緩熱之，設有棕色氣體發生，即有硝酸態氮素存在之證，但應依試管長度方向注視。

(2) 以試管取濾液 2—3 滴，加濃硫酸 2 c.c. 於水中冷卻。在另一試管中，加入研碎硫酸亞鐵少許，加蒸餾水溶解，振盪。將此溶液緩緩注入第一試管中，並使試管在 45 度之傾斜度，不使二種溶液混合。復使冷卻。設肥料中含有硝酸態氮素，換言之，即設含有硝酸鹽，則在兩液接觸處，有一棕色環；倘含量甚微，則在兩液接觸處，僅見紅色。

* 肥料中之銨鹽溶於冷水；硝酸鹽多僅溶於熱水。

(三)有機態氮素 將肥料先以冷水處理,以去氨態氮素;繼以熱水處理,以去硝酸態氮素,其餘在 100°C .下乾燥後,加入2—3倍其體積之粉狀鈉石灰。將全量導入於一試管中,以加熱。設肥料中含有有機態氮素,則有氨發生。以於有鈉石灰存在時,有機態氮素於低溫度下,即可變為氨態氮素之故。氨之存在,仍可由前述方法認知之。

第二章 磷之檢驗

(一)水溶磷酐 取肥料0.1—0.2克,用水2—3 c.c.處理,振盪後,傾於小濾紙上,收集濾液於一試管中。加入硝酸約2 c.c.,硝酸鉍約2 c.c.,與鉍酸鉍試藥5—6 c.c.。

(二)檸檬酸鉍溶磷酐 為檢驗檸檬酸鉍溶磷酐,宜先用水在小濾紙上洗滌,以消除其中之水溶性酸類,然後將殘留物由檸檬酸鉍4—5 c.c.在研鉢中處理,研磨數分鐘,浸漬約15分鐘,傾於小濾紙上,並收集此濾液4—5滴,於其中加入硝酸約2 c.c.,硝酸鉍約2 c.c.與鉍酸鉍4—5 c.c.。

(三)不溶於水與檸檬酸鉍之磷酐 為檢驗不溶於水與檸檬酸鉍之磷酐,可利用由前兩試驗所得之固體殘留物。先以水洗滌,次以硝酸2—3 c.c.加水少許,在一試管中處理,煮沸2—3分鐘,以使之沉積,並以細玻管取澄清液一部,加硝酸約2 c.c.與鉍酸鉍5—6 c.c.。

在以上三種情形下,設有可鑑定量之磷酐,則片時後,可得黃色沉澱。如加熱至 65°C .左右,則更可使沉澱顯現較速。

第三章 鉀之檢驗

將肥料 2—3 克於坩堝中煅燒，以去能與鉀生同一反應之銨鹽。冷卻後，以蒸餾水 4—5 c.c. 處理殘留物，過濾後，可藉下列試藥以檢驗濾液中是否有鉀存在：

(一)於一試管中注入濾液 2—3 滴，加入鹽酸 1 滴與酒精 8—10 滴，然後加入過氯酸 1 滴，設肥料中含有鉀，則生成幾不溶解之白色過氯酸鉀沉澱。

(二)取液體數滴，加氯化鉀液 2—3 滴，設肥料中含有鉀，則得鉀氯化鉀黃色結晶沉澱。加酒精數滴，則沉澱加多。

(三)液體少量，加亞硝酸鉀試藥少許，設肥料中含有鉀，則得亞硝酸鉀鉀黃色沉澱。

(四)濾液 2—3 滴，加 10% 硫代硫酸鈉液 2—3 滴，鹼式硝酸鉍 $[\text{BiOH}(\text{NO}_3)_2]$ 之鹽酸溶液 ** 3—4 滴，然後並加酒精 15—20 滴，振盪之，如肥料中含有鉀，則生成美麗黃色硫代硫酸鉀鉍複鹽 (Carnot 氏法，頗為靈敏)。

* 鉀太昂，現在農業化學實驗室中之定性定量分析操作，幾無復用之者。

** 將鹼式硝酸鉍 100 克於熱時溶於必需量之鹽酸中，並以酒精 (92°) 將其體積稀至 1 升。

第三篇 肥料之定量分析

第一章 普通分析法

第一節 氮素之定量

第一項 氨態氮素之定量

(一) 硫酸規定液之配製

A. 試藥:

(1) 純硫酸

(2) 純鹽酸

(3) 氯化鋇液 (以氯化鋇 10 克溶於少量蒸餾水內, 再補足至 100 c.c.)。

B. 手續:

(1) 在 1500 c.c. 瓶中, 注入蒸餾水 1000 c.c.。

(2) 徐徐加入硫酸 60 克。

(3) 攪拌混合使之冷卻。

(4) 取燒杯二個, 各注入硫酸溶液 20 c.c.。

(5) 於每杯中各加入鹽酸 10 滴。

(6) 煮沸。

(7) 注加氯化鋇溶液, 至最後加入不復有沉澱發生時為止。但