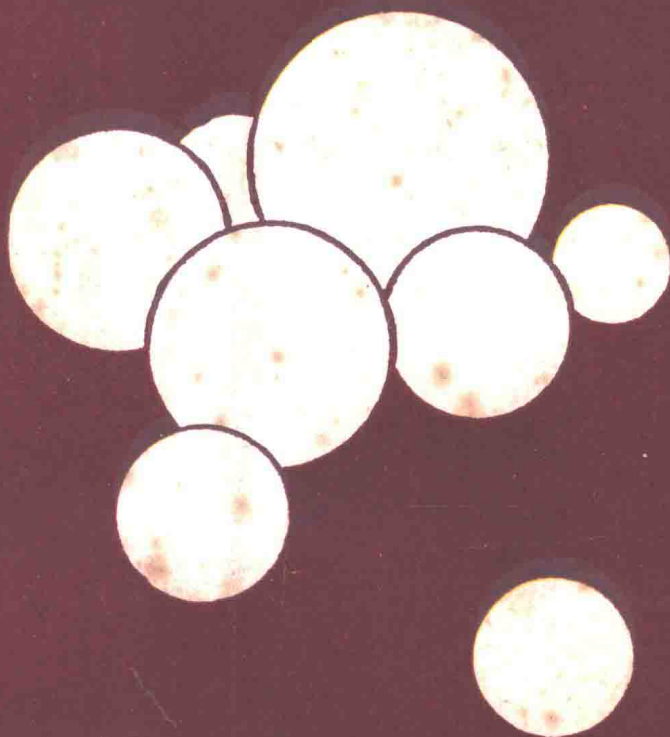


上海化学工业研究院 译



国外化肥标准选编

技术标准出版社

国外化肥标准选编

上海化学工业研究院 译

技术标准出版社

国外化肥标准选编

上海化学工业研究院 译

技术标准出版社出版
(北京复外三里河)

技术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

开本 $850 \times 1168 \frac{1}{32}$ 印张 $10\frac{3}{4}$ 字数 290,000

1981年6月第一版 1981年6月第一次印刷

印数 1—4,000

书号: 15169·3-158 定价 1.50 元

内 容 提 要

本书主要介绍国际标准化组织、欧洲经济共同体、美国、苏联、日本等国际组织及国家现行的化肥标准，包括规格、取样和分析方法。

可供化肥工业的标准化工作者，科研、生产和商检人员，以及有关大专院校师生参考。

前 言

为适应工作着重点的转移,适应化肥工业的发展,为使化肥工业战线的广大同志了解国外化肥标准化现况,赶超世界先进水平,我们尝试编译一本有关国外化肥标准化方面的书籍,但由于检索工具的不足,再加上时间、水平的限制,仅收集至1978年3月止的标准索引和有关标准资料。

本着突出重点,既有先进性,又有代表性的原则,力求以较少的篇幅,反映国外化肥标准化的基本状况,选择国际标准化组织、欧洲经济共同体、美国、苏联、日本等的标准和有关标准资料,基本上按原文翻译。

这些标准,均为这些组织和国家的现行标准,包括产品规格、取样和分析方法。是经过长期的实践,几经修改才制订的,对我国的化肥标准化,工艺生产,有一定的参考价值。

欧洲经济共同体部分,系根据欧洲经济共同体1977年6月22日指令的附件译出(关于成员国有关化肥取样和分析方法的统一法规)。

美国肥料协会产品质量委员会关于肥料的取样和分析方法,系根据该会编写的1974年版肥料的取样和分析方法一书译出。

日本部分,分析方法根据日本农林省农业技术研究所1972年版的肥料正式分析方法一书有关部分摘译,肥料规格则根据日本农林省农蚕园艺局肥料机械课(1975年10月出版)肥料公定规格集一书摘译。

参加本书翻译工作的有,胡哲生、殷永康、周云程、刘影、谢荣璋等同志。并由胡哲生统一校阅。限于时间和水平,错误、欠妥之处在所难免。请广大读者批评指正。

1979年11月

目 录

第一章 国际标准化组织部分

肥料松密度的测定 ISO 3944—1977 (E)	(1)
从停止运转的皮带运输机上对肥料取样	
ISO 3963—1977 (E)	(4)
肥料——用硝酸灵试剂重量法测定硝态氮的含量ISO/DIS 4176 ...	(6)
肥料——水溶性磷的萃取 ISO 5316—1977 (E)	(9)

第二章 欧洲经济共同体部分

肥料检验的取样方法	(11)
1. 分析试样的制备	(14)
2. 氮	(16)
2.1 氨态氮的测定	(16)
2.2 硝态氮和氨态氮的测定	(21)
2.3 总氮的测定	(33)
2.4 氰氨态氮的测定	(41)
2.5 分光光度法测定尿素中的缩二脲	(44)
2.6 在同一样品中, 不同形态氮的测定	(46)
√ 3. 磷	(67)
4. 钾	(83)
5. 镁	(87)
6. 氯	(92)
7. 粒度	(94)

第三章 美国部分

一、美国肥料协会产品质量委员会有关肥料取样和分析方法	(97)
A. 取样方法	(97)

✓ B. 分析方法	(130)
✓ C. 氮、磷、钾快速分析方法	(185)
D. 固体肥料的物理试验	(194)
E. 分析试剂的制备	(201)
二、美国肥料产品规格	(212)
三、美国官方植物食品管理协会有关肥料的规定	(217)

第四章 苏联部分

尿素 ГОСТ 52206—74	(223)
硝酸磷酸钾 ГОСТ 11365—75 (代替 ГОСТ 11365—65)	(225)
粒状重过磷酸钙 ГОСТ 16306—75 (代替ГОСТ 16306—70) ...	(231)
氯化钾 ГОСТ 4568—74 (代替ГОСТ 4568—65)	(242)
硫酸铵 ГОСТ 9097—74 (代替ГОСТ 9097—65)	(256)
硝酸铵 ГОСТ 2—75* (代替ГОСТ 2—65)	(263)

第五章 日本部分

(一) 取样方法	(279)
(二) 试样的制备方法	(280)
(三) 水分的分析方法	(281)
(四) 总氮含量的分析方法	(282)
(五) 氨态氮含量的分析方法	(284)
(六) 硝态氮含量的分析方法	(287)
(七) 尿素态氮含量的分析方法	(290)
(八) 氰氨态氮含量的分析方法	(291)
✓ (九) 缩二脲态氮含量的分析方法	(293)
(十) 磷含量的分析方法	(296)
(十一) 钾含量的分析方法	(302)
(十二) 日本部分肥料规格	(307)

附录 1 一些国家肥料出口规格	(316)
-----------------------	-------

附录 2 国外化肥标准化概况	(318)
----------------------	-------

第一章 国际标准化组织部分

肥料松密度的测定

ISO 3944—1977 (E)

1. 适用范围:

本标准所制订的松密度测定方法, 供测定固体肥料 (不包括粉末肥料) 之用。

本方法只适用于干燥肥料。如肥料在运输或贮放过程中已吸收水分, 在测定前, 必须在恒定低湿度的环境试验室中先干燥。

对含有大量 5 毫米直径以上颗粒的肥料也不适用。

2. 定义:

肥料的松密度: 在规定的条件下, 将肥料自然地倾倒入容器中后求得的每单位容积的重量。

松密度按每立方厘米的克数表示 (克/厘米³)。

3. 基本原理:

将肥料从规定的漏斗倒入已知容积的规定量筒中, 然后称重量。

4. 仪器装置:

4.1 天平, 灵敏度 0.01 克。

4.2 测定松密度的装置

具有图示的相近尺寸, 包括:

4.2.1 牢固按装的漏斗

4.2.2 可移动的量筒

无槽口, 已知装满的容积, 精确至 1 立方厘米。

注: 凡接触肥料的装置部分, 都用耐腐蚀材料制成 (如玻璃、塑料等)。

4.3 刮刀, 120 毫米 × 20 毫米左右, 或用其它合适的刮具。

5. 测定手续:

在底部关好的漏斗 (4.2.1) 中, 倒入超过装满量筒 (4.2.2) 所

需要的肥料。抽去挡板，在 6 到 12 秒内，让肥料流入量筒中。

注：如肥料不能自由流动，可用直径 3—4 毫米的棒插入漏斗颈，以保证出口畅通。

在量筒中肥料外溢时，关闭漏斗挡板；用刮刀或其它合适的刮具（4.8），刮去过满的肥料。对装有肥料的量筒，应避免受到振动。

从漏斗下将量筒移出，称量肥料的重量，准确至总重量的 0.1%。

对试验样品，连续地迅速进行两次平行测定。

6. 结果的表示：

6.1 计算方法和公式

按下式表示肥料的松密度 D：

$$D = \frac{m}{V} \text{ (克/厘米}^3\text{)}$$

式中：m——试样克数；

V——量筒装满时的容积，厘米³。

在符合重现性（6.2）要求的条件下，取两次测定的算术平均值作测定的结果。

6.2 重现性

由同一操作者连续地迅速进行两次测定结果的误差，应不大于 0.01 克/厘米³。

7. 试验报告：

试验报告应包括下列各项：

- a) 测定方法的参考文献；
- b) 采用的结果和表示方法；
- c) 测定中所发现的异常情况；
- d) 本标准以外所选用的操作。

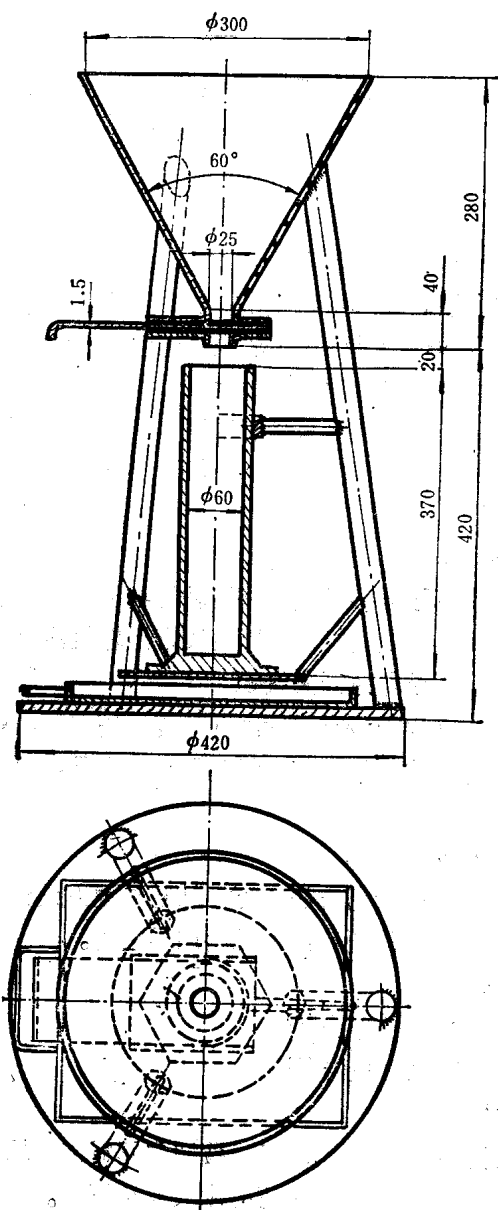


图 1-1 测定肥料松密度的装置 (尺寸: 毫米)

从停止运转的皮带运输机上对肥料取样

ISO 3963—1977 (E)

0. 前言:

由从停止运转的皮带运输机上,对交付肥料采取代表性样品是耗时间的,并会显著地妨碍装载和卸货。因此,本方法仅在其它方法,例如自动取样或无阻碍的杓铲取样无法进行时才使用之,或者仅用作估计其它方法准确度的参考方法。

本方法适用于构成最终样品所取的各次份额。对于各次份额的多少、份额的数目,即取样的次数,可从国际标准化组织的参照标准中找到。

安全措施

取样时,免不了要接触通常是运转的机械部分,因此,当采取样品份额时,必须具备安全措施,以使皮带运输机没有开动的可能性。在取样的地方,应装置总开关按钮。

取样者应当在皮带没有过度物理形变的情况下,能把手伸到皮带横断面每一地方。取样位置应当做到尽可能方便,例如可以利用合适的平台等。

1. 适用范围:

本标准所制订的参考方法,可供从制造地方或仓库,经皮带运输机,输送到其他部位的所有固体肥料取样之用。

2. 参照标准:

ISO.....肥料取样方法⁽¹⁾

ISO.....肥料取样报告⁽¹⁾

3. 基本原理:

关掉输送肥料的皮带运输机,按照与肥料带和输送皮带中心线成直角的方向,垂直插入两块平行的木板或金属片。将木板或金属片间

(1) 在制订过程中。

的肥料取出作试样。

4. 取样设备:

两块平行木板或金属片与输送皮带凹陷处能密切相配, 长度超过皮带两边各 500 毫米, 高度至少超过皮带输送肥料顶层 50 毫米。

建议用金属框架支撑木板或金属片, 将框架横跨在皮带两边。

没有框架时, 在皮带支撑机构的每边做一个记号, 以便木板和金属片, 每次可插在同样的地方。

5. 操作手续:

从斜置的皮带上取样时, 应专心操作。此时, 要按与肥料带成直角的方向, 迅速插下木板, 防止肥料倒流。

要将皮带运输机上肥料带铺放均匀、稳定, 并至少离开给料处 1 米远的合适位置, 关掉皮带运输机。但如果皮带上当时只有少量肥料, 或者刚刚开始输送肥料及在停止输送时, 都不要取样。

在皮带停止运输后, 按足够的距离间隔, 将两块木板或金属片垂直插入肥料带中, 采取不少于国际标准化组织规定的最少样品份额。为此, 插下木板, 至横跨整个横截面与皮带相碰为止。

在遇有过多肥料影响木板取样器取样时, 应连同木板取样器移入合适的气密容器中。

撤去木板或金属片, 然后再开始取样。要确保在皮带上不留有任何物件, 否则, 可能会造成毁损事故。

重复各次份额的取样操作, 份额的数目要随取样方案而定。

6. 取样报告:

取样报告应遵照国际标准化组织的规定。

注: 在取样报告公布前, 报告应包括下列各项:

- a) 完整的检验 (或取样) 样品所需的各种资料;
- b) 参照本标准时所使用的方法;
- c) 取样情况;
- d) 本标准以外所选用的操作, 以及任何可能影响结果的因素等。

肥料——用硝酸灵试剂重量法测定硝态氮的含量

ISO/DIS 4176

1. 适用范围:

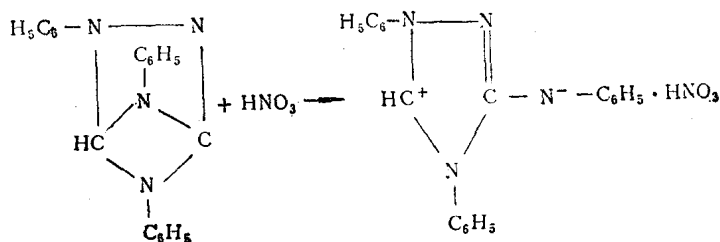
本国际标准规定用重量法, 测定硝态氮的含量, 适用于仲裁分析。

注: 超过9倍量的氯化物存在时, 将产生+0.4%的相对误差。

2. 原理:

在酸性溶液中, 硝酸离子与硝酸灵试剂作用, 以络合物形式沉淀, 将沉淀过滤、干燥和称重。

3. 反应:



4. 试剂:

应用分析纯试剂和蒸馏水, 或同等纯度的水。

4.1 乙酸 (5N) 溶液, 将 285 毫升冰乙酸用水稀释至 1000 毫升。

4.2 硫酸溶液, 用 3 体积的水, 稀释 1 体积硫酸 (P₂₀ 1.84 克/毫升)。

4.3 硝酸灵试剂 (C₂₀H₁₆N₄) 100 克/升, 将硝酸灵试剂 10 克溶于水 95 毫升和冰乙酸 5 毫升的混合溶液中, 再用干燥滤纸过滤。

要用新配制的试剂, 以避免较高的空白值。

5. 仪器:

实验室常用仪器, 和

5.1 有一个刻度的容量瓶, 容量为 500 毫升, 应符合 ISO 1042 A 级的规格。

5.2 有一个刻度的移液管, 容量由 5 到 20 毫升范围, 应符合 ISO648A 级的规格。

5.3 玻璃过滤坩埚, 孔径为 3 到 15 微米。

5.4 烘箱, 能保持 $110 \pm 2^\circ\text{C}$ 的温度。

5.5 机械式烧瓶摇动器, 有旋转或往复作用。

5.6 冰浴, 能保持 0 到 0.5°C 的温度。

6. 手续:

6.1 试样: 称取试样约 5 克¹⁾, 准确至 0.001 克, 并转移至容量瓶中 (5.1)。

6.2 试样溶液的制备:

6.2.1 可溶于水的试样, 于试样 (6.1) 中, 加入 20°C 的水 400 毫升, 用机械式烧瓶摇动器 (5.5) 连续摇动烧瓶 30 分钟, 再用水稀释至刻度, 混匀。

6.2.2 含有水不溶物 (多半是残留的硝酸盐) 的试样, 于试样 (6.1) 中, 加水 50 毫升和乙酸溶液 (4.1) 50 毫升, 混匀, 静置, 直至二氧化碳释放停止为止, 加 20°C 的水 300 毫升, 用机械式烧瓶摇动器 (5.5) 连续摇动烧瓶 30 分钟, 用水稀释至刻度, 混匀。

6.3 测定:

6.3.1 将试样溶液 (6.2) 过滤于洁净干燥的锥形瓶中, 用有一个刻度的移液管 (5.2) 移取试样溶液 (6.2) 的整份部分溶液 (含硝态氮 11—23 毫克, 最好在 17 毫克), 于 250 毫升烧杯中, 用水稀释至 100 毫升。

6.3.2 加硫酸溶液 (4.2) 10—12 滴, 快速加热至沸²⁾, 并立刻从热源上取下 (应检验无硫酸钙沉淀, 若有, 应多加几滴硫酸溶解之), 再添加硝酸灵试剂 (4.3) 10—12 毫升, 置于冰浴上 (5.6) 并搅拌混合物 2 分钟³⁾, 放置 2 小时。

用抽滤法将沉淀完全过滤于已恒重的玻璃坩埚 (5.3) 中 (过滤

坩埚应事先在冰水中冷却)，用滤液洗涤烧杯和沉淀，并用在冰浴中冷却的水 10—12 毫升，轻洗沉淀，将坩埚连同沉淀置于温度为 $110 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱中，干燥一小时，再移于干燥器中冷却称重，重复加热，冷却，称重等操作，直至连续二次称量误差，不大于 0.001 克为止。

6.4 空白试验：

取水 100 毫升，或（如用乙酸溶液溶解试样）与整份部分溶液中相同量的酸，用水配制为 100 毫升。再按上述 6.3.2. 手续测定，沉淀的重量不超过 1 毫克，若超过这个限度，必须重新配制，重新试验，众所周知，旧的试剂，在空白试验时，会使结果偏高。

7. 结果的表示：

硝态氮的含量，用重量百分比表示，可按下式求得。

$$\frac{3.731 \times 500 \times M}{m_0 \times V}$$

式中：V——所取整份部分溶液（6.31）的体积，毫升；

m_0 ——试样的重量，克；

M——硝酸灵硝酸盐沉淀的重量，克。

8. 精密度：

由 7 个不同国家的实验室，30 组分析结果所获得的统计结果如下：

8.1 重现性：用该法，以同一试样，在相同条件下（相同操作；相同实验室和相同时间），所得到的连续结果应不大于 0.4%（相对）。

8.2 再现性：用该法，以同一试样，但在不同条件下（不同实验室；不同仪器和不同时间），所得到的单次测定结果应不大于 1.8%（相对）。

9. 试验报告：

试验报告应包括下列内容：

a. 所采用的方法，也就是 ISO 4176 方法。

- b. 测定结果和所用的表示方法。
- c. 为了鉴定试样，所必须的全部数据。
- d. 国际标准中未规定的某些操作，或认为可能为影响结果的 其他因素。

注：1) 肥料的取样，将是国际标准今后的课题。

2) 尿素和尿素乙醛缩合物，会被沸酸分解，所以溶液不能煮沸。

3) 要保证冰浴的温度，沉淀和滤液应保持温度在 $0-0.5^{\circ}\text{C}$ ，低于 0°C 将产生偏高的结果，而高于 0.5°C ，则产生偏低的结果。

肥料——水溶性磷的萃取

ISO 5316—1977 (E)

1. 适用范围：

本国际标准确定了由肥料中萃取水溶性磷的方法。

本法适用于需要测定水溶性磷 (P_2O_5) 的一切肥料。

2. 参考文献：

ISO……肥料……取样 1，

3. 原理：

在规定条件下，将一定量的试样，用旋转振荡器振荡，试样中的磷即溶于水。

4. 试剂：

蒸馏水或同等纯度的去离子水。

5. 仪器：

除实验室常用仪器外，还需要：

5.1 长颈有刻度的 500 毫升容量瓶。

5.2 旋转式振荡器，可控制转速 35—40 转/分。

6. 取样：

见 ISO……¹⁾。

1) 在制订中。

7. 测定手续:

7.1 称样: 称取实验室试样 5 克, 准确至 0.001 克, 并置于容量瓶中 (5.1)。

7.2 萃取: 加 20—25℃ 的水 (见 4) 400 毫升用手轻轻摇动瓶子, 使试样分散, 要避免试样粘附于瓶壁上, 将容量瓶置于振荡器中 (5.2), 控制转速为 35—40 转/分, 振荡 30 分钟。

用水稀释至刻度, 用手小心摇动、混匀, 用折叠的中速干燥滤纸 (无磷) 过滤, 将滤液收集于干燥、清洁的无磷容器中, 弃去开始过滤的 50 毫升滤液。