

复合肥料总氮含量检验中称样量与检测结果的误差分析

李 亮

晋城市综合检验检测中心 山西晋城 048000

摘要: 复合肥料检验是确保粮食安全、农作物高产的关键,随着我国农业经济的飞速发展,复合肥料使用量不断增多,如果复合肥料的质量没有达到规定标准,很容易造成不利的影 响。总氮含量是衡量复合肥料总养分是否合格的重要参数之一,同时也是植物生长过程中蛋白质合成所需的主要氮源,所以确保复合肥料检验的精确度并检验其总氮含量尤为重要。针对此,本文围绕复合肥料总氮含量检验进行了分析,对其称样量与检测结果的误差性进行了探讨。

关键词: 复合肥料检验; 总氮含量; 称样量; 检验误差

Error analysis of the sample weight and test results in the test of total nitrogen content of compound fertilizer

Liang Li

Jincheng Comprehensive Inspection and Testing Center, Shanxi Jincheng 048000

Abstract: The inspection of compound fertilizers is crucial to ensure food security and high crop yields. With the rapid development of China's agricultural economy, the use of compound fertilizers has been on the rise. If the quality of compound fertilizers does not meet the prescribed standards, it can easily have adverse effects. Total nitrogen content is one of the important parameters for assessing whether compound fertilizers meet the nutrient requirements. It is also the primary nitrogen source required for protein synthesis in the plant growth process. Therefore, ensuring the accuracy of compound fertilizer inspection and specifically examining its total nitrogen content is of paramount importance. In this context, this paper analyzes the inspection of total nitrogen content in compound fertilizers and discusses the sources of errors in sample quantity and test results.

Keywords: Composite Fertilizer Inspection; Total Nitrogen Content; Weigh the Sample; Test Error

引言:

复合肥料是促进农作物生长、高产的重要肥料,关于复合肥料总氮含量的准确测定以及确保复合肥料总养分合格,对粮食作物的增产、增收有着极为积极的作用,所以总氮含量的准确测定尤为关键。依据GB/T 8572-2010复混肥料总氮含量的测定蒸馏滴定法,通过多次测定复合肥料中的总氮含量,发现称样量对检验结果具有重要影响,在检测环节应高度重视称样量对检测结果带来的偏差问题,以提升检测数据的精确性、可行性。

一、复合肥料中氮的形态及来源

1. 氮元素的必要性

氮对于农作物的健康发育而言无可替代,其既是氨基酸的基础,又与蛋白质、核酸、维生素等构成了一种

复杂的营养平衡。若氮的摄入量不足,就会对农作物的正常发育造成极大的损害,甚至可能使它们的全生命周期停滞。此外,氮还是农作物光合作用的基础。在其成长过程中,农作物的氮摄取能力相对有限,能进行全部吸收的氮形态是铵态氮和硝态氮,同时农作物生长过程中还可吸收有机氮,不论是氨基酸还是尿素等,都是农作物吸收氮的方式,并且其吸收量也会因环境条件的不同而发生变化。实践发现,氮的种类和数量会影响农作物的生长发育,为了提高农作物的产量,应根据农作物的生长阶段来合理调节氮的摄入,从而满足它们的各种营养需求。这样就能够有效地提高农作物产量,且还能够避免因为缺乏氮而导致的严重后果。

2. 复合肥料中氮的形态

当前,我国在农业生产中大量使用复合肥料,复合肥料是指在氮、磷、钾三种养分中,至少有两种养分标明量的由化学方法和(或)物理方法制成的肥料。其氮的存在形态由硝态氮、铵态氮、酰胺态氮及氰氨态氮等多种形式,当前市场复合肥料产品标识中除了含硝态氮时需在包装容器上明确标识外,其他形态的氮检验人员不可得知。为了准确测量复合肥料总氮含量的高低,检验人员在检测过程中需通过还原、消化等步骤将不同形态的氮转化为铵盐,在指示剂存在下,通过蒸馏滴定法检测出复合肥料总氮含量。

二、复合肥料中氮含量的检测流程

1. 总氮含量测定原理

在碱性介质中用定氮合金将硝态氮还原,直接蒸馏出氨或在酸性介质中还原硝酸盐成铵盐,在混合催化剂存在下,用浓硫酸消化,将有机态氮或酰胺态氮和氰氨态氮转化为铵盐,从碱性溶液中蒸馏出氨。将氨吸收在过量硫酸溶液中,在甲基红-亚甲基蓝混合指示剂存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

2. 检测复合肥料总氮含量的相关准备

复合肥料总氮含量检测是一个复杂的过程,包括制样、称量、溶解、消化、蒸馏、滴定等过程。步骤繁琐,需精心准备。为了获得更加准确的试验检测结果,实验人员必须充分考虑试验涉及的各种仪器、试剂以及其他必要的条件,并且认真完成所有的准备工作,以便获得一个更加精确、可靠的试验检测结果。本次试验采用了常规蒸馏装置,符合GB/T 8572标准。而试验检测中,试剂的选择至关重要,因此,实验人员应合理使用试剂、溶液及水。比如,为了制备出高质量的混合催化剂,需要使用高纯度的蒸馏水、硫酸、盐酸和铬粉,铬粉的细度必须低于 $250\mu\text{m}$,还需要将1000g硫酸钾和50g五水硫酸铜进行有机混合,并进行精细的研磨处理。同时,氢氧化钠标准溶液也需要经过精确的配制,才能满足试验检测的要求。一般情况下,氢氧化钠标准溶液需要的浓度是 0.5mol/L ,还需要使用甲基红-亚甲基蓝混合指示剂。为了确保仪器的准确性和可靠性,应使用1000ml圆底蒸馏烧瓶和梨形玻璃漏斗,并且按照GB/T 2441.1的标准进行制备,同时还要安装防爆沸装置,将长度为100mm、直径为5mm的玻璃棒有机地连接到长度为25mm的聚乙烯管上。

3. 试验步骤

(1) 样品处理

为了确保样品的准确性,实验人员应该按照GB/T 8571的标准来制备。如果是含硝态氮未知成分样品,

实验人员应先从容器中取出0.5g的样本,把它们分别装入1000ml的定氮瓶内。再倒入35ml的蒸馏水,并且不断地缓慢地晃动容器,确保硝酸盐能够被充分溶解。同时,还要在通风厨中添加1.2g的铬粉和7ml的浓盐酸。将样品放入室温环境中,持续5-10分钟^[2]。随后,实验人员还要将定氮烧瓶插上梨形漏斗放置在通风厨的可调电炉上加热。当其沸腾并出现泡沫后1分钟后,将烧瓶冷却到室温,加入22g的混合催化剂和30ml的浓硫酸(注意,倒入硫酸时要缓慢进行),轻轻摇匀。最后,将定氮烧瓶重新放回可调电炉,并进行加热,直到产生的硫酸白烟为止。此时实验人员可以开始计时,在等待1h之后,停止加热。整个试验过程中,实验人员应留意消化液变得天蓝色透亮,才算消化完全。

冷却定氮烧瓶之后,实验人员需用蒸馏水多次冲洗梨形漏斗,将清洗液转移至定氮烧瓶内,然后再小心添加蒸馏水400ml于定氮烧瓶内,等待蒸馏。为了减少消化液的流失,在添加蒸馏水之前,建议多次少量地使用水对梨形漏斗进行清洁和冲刷,以免因为梨形漏斗内外表面残留消化液,使得样品流失,从而导致测量结果偏低。

(2) 蒸馏

将冷却好的定氮烧瓶至于安装好的蒸馏装置上,再将防爆沸物放入蒸馏烧瓶中,并按照规定步骤将其与蒸馏装置相连。然后,将20ml的 1mol/L 硫酸溶液和5滴混合指示剂倒入接收瓶中,并将其安置在蒸馏装置上^[3]。同时,将120ml的 400g/L 氢氧化钠溶液倒入蒸馏装置的滴液漏斗,并在其快要流尽的时候加入25ml的水冲洗漏斗,如果漏斗内仅剩余4ml左右的水量,应立即关闭活塞。然后开通冷却水并启动电炉加热装置,等待溶液沸腾,根据泡沫产生的程度来调整供热强度,蒸馏过程直至蒸馏出150mL馏出液后,用pH试纸检查冷凝管出口的液滴,无碱性才能结束蒸馏。此外,实验人员还需要进行空白试验。整个过程中,如果蒸馏装置发生漏气或接收液面过低,会导致实验结果显著偏低,需重新实验。

(3) 滴定过程

通过返滴定法,可以使用NaOH滴定溶液来测定过量的硫酸吸收液,并通过与空白试验的比较,计算出氨气消耗的硫酸吸收液,从而换算出氮的含量。为了确保NaOH标准溶液的准确性,必须严格按照GB/T 601的规定进行标定,还要对基准物邻苯二甲酸氢钾的纯度进行严格的检验,以确保测定结果的可靠性和准确性。在样品经过精细烘干并保持恒重的情况下,应当精确称量,并在溶解完成后进行标定,其不仅能确保测量结果的准确性,还能使其不超出标准规定的范围,最终将其平均

值作为标准溶液的浓度。试验过程中, 实验人员除了要保证样品检验和空白检验的滴定结果保持一致之外, 在总氮含量检测的过程中, 还要仔细审查几组数据, 再严格管控试验流程。

(4) 称样量和吸收液的量

试验环节, 要求硫酸吸收液过量, 也就是 $n_{H^+} \geq n_N$, 因此, 实验人员应合理管控称样量, 不仅要具有代表性, 还要最大程度地满足试验要求^[4]。在进行实验之前, 需要确保吸收液的量符合标准。为了达到这个目的, 需要在接受器中添加40ml的硫酸溶液 [$c(1/2H_2SO_4) = 0.5mol/L$] 或者20ml硫酸溶液 [$c(1/2H_2SO_4) = 1mol/L$]、换言之, $n_{H^+} = 0.020mol$ 。此外, 还需要确定称样量, 一般来说, 称样量应该是 $m * \omega / 1.401 \leq 0.020$, 且 $m \leq 0.235 / \omega \% g$ 。为了确保测试结果的准确性, 实验人员应将滴定消耗的标准溶液的体积限制在9-21ml之间, 而最佳的测试称样量应该是 $m = 14.01 / \omega g$, 且 $m \geq 0.5g$ 。

(5) 误差分析

根据标准, 复合肥料总氮含量检测必须进行平行试验, 并且要求平行样本的绝对差值不得超过0.30%。如果平行试验的结果符合要求, 则可以将其取平均值作为最终结果; 但如果平行试验的结果超出了这个标准, 则需要重新进行平行试验。

(6) 结果

在本次实验中, 实验人员使用了复合肥料作为样品, 并使用氢氧化钠作为标准溶液。在同一实验室, 不同实验人员的测定结果都符合GB/T 8572规定的误差范围, 即不同实验室测定结果的绝对差值应在0.50%以内, 并且不同实验人员的测定结果相差很小。

三、复合肥料总氮含量检验中提升称样量和检测结果精准性的对策

根据国家相关法律法规和标准, 实验人员对复合肥料样品的称量应该严格按照要求来进行, 并且通常会通过多次试验来确保它们的合理误差。为了确保测量的准确性, 实验人员应尽可能采用高精度的称重和测量仪器, 以便减少测量结果的偏差。通过使用精准度达到0.0001g的电子天平, 能够有效地控制复合肥料样品的重复性, 还能将其误差限定在 $\pm 0.0001g$ 之间。且最终的检测结果还需要经过三次测量, 最后取其平均值。与此同时, “误差累计原则”指出, 复合肥料样品称重系统误差主要是由于人为操作和仪器自身的校准不当所致。经过深入的研究, 发现, 当称样量增加时, 检测结果的误差性也会

出现下降的趋势, 这表明, 即使是在最严格的情况下, 测试结果的准确性也有进一步的提升空间。完成称样量后, 实验人员应当采用滴定管对其进行测量, 为了避免受外界环境影响, 应当至少重复3次, 以确保测量的精度不超过 $\pm 0.013ml$ 的误差阈值, 否则, 累积的误差将达到 $\pm 0.02ml$ 的精度。随着称样量的增加, 滴定的体积数也会相应增加, 从而使称样量和检测结果的准确性得到显著提升。

然而, 在进行误差分析时, 实验人员不应为减少测量误差而过度增加复合肥料样品的称样量, 因为在含有硝酸态氮的复合肥料还需要考虑铬粉的还原能力, 以及可能导致复合肥料样品在干燥的空气条件下温度变化不均, 致使其测量结果的准确性下降, 甚至可能出现更大的测量偏差。因此, 通过运用反向思考方法, 实验人员可以更准确地测量复合肥料氮含量, 从而确定最佳的称样量。

四、结束语

复合肥料是一种重要的肥料, 其能够满足作物的营养需求, 其中氮、磷、钾等元素尤为重要。质量合格的复合肥料, 其中的氮元素更为关键, 因为氮元素能够合成蛋白质、核酸和叶绿素, 从而使农作物的枝条更加健壮, 果实更加丰满。如氮元素不足, 会严重损害农作物的发育和光合作用。因此, 实验室必须对复合肥料的氮含量进行精确的检测, 以确定其质量。且氮元素是影响复合肥料质量的重要因素, 实验人员必须特别注意检测过程中的一些细节, 以确保检测结果的准确性和可靠性。针对不同复合肥料, 通过计算合理确定试料样品称样量, 为复合肥料总氮含量的准确检验打好坚实的基础。

参考文献:

- [1]田野, 刘善江, 陈益山. 复合肥料中总氮含量测定的能力验证研究[J]. 中国土壤与肥料, 2022(1): 202-205.
- [2]商健, 杨坤梅, 苏新科. 复合肥料中主要养分含量测定能力验证结果分析[J]. 现代农业科技, 2022(3): 158-161.
- [3]房朋, 章明洪, 商照聪. 复肥产品全国联动抽查承检机构检测能力比对研究[J]. 肥料与健康, 2022, 49(1): 65-71.
- [4]欧阳湖, 任建国, 焦松林, 等. 促生菌 *Bacillus* sp.KTS-1-1 和/或氮磷钾复复合肥料对太子参生长及代谢的影响[J]. 中国土壤与肥料, 2020(6): 262-271.