

有机肥中有机质检测氧化校正系数的研究

张明怡,刘颖,李玉影,韩光,刘双全,姬景红

(黑龙江省农业科学院 土壤肥料与环境资源研究所/黑龙江省土壤环境与植物营养重点实验室/黑龙江省肥料工程技术研究中心,黑龙江 哈尔滨 150086)

摘要:NY525-2012《有机肥料》标准中有机肥有机质测定氧化校正系数为 1.5,该设定导致检测时一些有机肥有机质的含量增大,有的甚至超过了 100%。为使有机肥料现行标准中有机质氧化校正系数更加细化、精确化,选取有代表性原料样品进行测试。结果表明:NY525-2012 中有机质测定氧化校正系数定为 1.5 较为笼统,按照基本资源氧化校正系数在 1.32%~1.51%,派生资源氧化校正系数在 1.30%~1.45%,可利用资源氧化校正系数在 1.35%~1.47%。

关键词:有机肥;有机质;氧化校正系数

中图分类号:S14 **文献标识码:**A **文章编号:**1002-2767(2017)02-0055-03 DOI:10.11942/j.issn1002-2767.2017.02.0055

有机肥料是我国的重要肥料资源。施用有机肥料是数千年来中国传统农业发展的根本措施,尽管近年来,化肥用量不断增加,但在当今日益重视人类生存环境的情况下,有机肥料再度受到人们的关注^[1]。我国有机肥料来源非常广泛,如畜禽粪便、污泥、城镇垃圾和工业垃圾等^[2]。2012 年有机肥料检测新标准《NY525-2012》出台,将检测有机质含量方法的氧化校正系数,由原来的 1 修订为 1.5,导致在检测时发现一些有机肥有机质的含量增大,有的甚至超过了 100%。为使《NY525-2012》有机肥料现行标准中有机质氧化校正系数细化,精确化,本文采用测定有机质的经典方法灼烧法和重铬酸钾容量法,对有机肥有机质测定的新老方法进行比较,提出不同原料来源有机肥有机质测定时的氧化校正系数。

1 材料与方法

1.1 材料

供试的有代表性原料样品:基本资源(粪尿、秸秆、绿肥、饼肥)、派生资源(厩肥、堆沤肥、草木灰、沼气肥等)和可利用资源(塘泥、河泥、泥炭、城镇垃圾、污水、污泥、植物性海肥等)。

试验用仪器主要包括:马弗炉、水浴锅、铂金坩埚,实验室常用设备等。

供试药品有:重铬酸钾,硫酸亚铁,邻菲罗啉,

浓硫酸等。

1.2 方法

采用灼烧法和重铬酸钾容量法(NY525-2002,NY525-2012)测定有机肥料中有机质的含量。

1.2.1 灼烧法 在高温(通常为 500~550℃)550℃条件下灼烧供试样品,去除样品中的有机质(有机质被氧化成二氧化碳和水),灼烧前后的质量差即为有机质总量。

分析步骤:称取研磨过筛的风干样品 0.5 g(精确到 0.000 1 g)放入已恒重的铂金坩埚中,放入马弗炉中,升温至 550℃,灼烧 1 h,然后取出在干燥器中冷却并称重。

1.2.2 重铬酸钾容量法 将试样与过量的重铬酸钾氧化剂反应后,多余的重铬酸钾用标定过的硫酸亚铁滴定,通过剩余氧化剂数量,求出有机碳的含量,乘以系数 1.724,计算出有机质的含量,同时用二氧化硅为添加物做空白试验。

分析步骤:称取过筛的风干试样 0.2~0.5 g(精确至 0.000 1 g),置于 250 mL 容量瓶中,按照 NY525-2002 准确加入 1 mol·L⁻¹重铬酸钾溶液 30 mL,再加入浓硫酸 60 mL,置于沸水浴中 30 min,每隔 5 min 摇动 1 次。取出冷却至室温,定容。吸取 50 mL 溶液于 250 mL 三角瓶内,定容至 100 mL,加 2~3 滴邻菲罗啉指示剂,用 0.2 mol·L⁻¹硫酸亚铁标准溶液滴定至砖红色。按照 NY525-2012,准确加入 0.8 mol·L⁻¹重铬酸钾溶液 50 mL,再加入浓硫酸 50 mL,其它按照相同步骤分析。同时称取 0.2 g(精确至 0.001 g)二

收稿日期:2017-01-06

基金项目:黑龙江省农业科技创新工程 2014 年度院级科研资助项目(2014QN014)

第一作者简介:张明怡(1980-),女,黑龙江省哈尔滨市人,硕士,实验师,从事土壤肥料和植株的化验分析研究。E-mail:colorfat@163.com。

氧化硅代替式样,按照相同分析步骤,使用同样的试剂进行空白试验。

1.2.3 测定项目及方法 以灼烧法测定数值为参照标准,与重铬酸钾容量法测定的数值进行比较,取不同原料的有机肥,分别定量加入邻苯二甲酸氢钾,以邻苯二甲酸氢钾的理论有机碳结果(计算值)为参照,计算有机碳的回收率^[3]。NY525-2002 与 NY525-2012 方法与步骤基本一致,最大的区别在于后者只是计算公式中乘 1.5 氧化校正系数。为便于结果比较,采用 NY525-2012 标准检测时不乘 1.5 的氧化校正系数^[4]。

表 1 3 种不同方法有机质测定结果

Table 1 Determination results of organic matter of tree different methods

试样种类 Sample types	灼烧法测定含量/% Determination contentby calicination method	NY525-2012 测定含量/% Determination content by NY525-2012 method	NY525-2002 测定含量/% Determination content by NY525-2002 method
牛粪 Cow dung	51.1	38.7	39.9
鸡粪 Chicken manure	40.5	26.8	29.6
羊粪 Sheep manure	55.7	40.1	42.8
草炭 Peat	56.8	43.7	45.4
沼渣 Renewal	58.1	40.1	42.1
生活垃圾 Living garbage	17.8	12.1	12.7
泥炭 Peat	32.8	23.1	24.1
褐煤 Lignite	31.6	23.4	23.9
豆饼 Bean	68.1	50.0	50.8
邻苯二甲酸氢钾 Potassium hydrogen phthalate	100	96.9	98.7

2.2 新老方法氧化校正系数的比较

从表 2 中可以看出,以灼烧法为基准,NY525-

表 2 氧化校正系数

Table 2 Oxidation correction coefficient

试样种类 Sample types	NY525-2012	NY525-2002
牛粪 Cow dung	1.32	1.28
鸡粪 Chicken manure	1.51	1.37
羊粪 Sheep manure	1.39	1.30
草炭 Peat	1.30	1.25
沼渣 Renewal	1.45	1.38
生活垃圾 Living garbage	1.47	1.40
泥炭 Peat	1.42	1.36
褐煤 Lignite	1.35	1.32
豆饼 Bean	1.35	1.34
邻苯二甲酸氢钾 Potassium hydrogen phthalate	1.03	1.01

2 结果与分析

2.1 三种检测方法的结果对比

分别用燃烧法、NY525-2012 及 NY525-2002 三种测定方法对不同试样有机质进行测定,结果见表 1。3 种测试方法中,灼烧法测定机质含量高,其次是 NY525-2002,NY525-2012 最低,可见 NY525-2012 氧化能力最低。草炭、豆饼等植物性原料有机质含量最高。在牛粪、鸡粪、羊粪中,羊粪有机质含量最高,鸡粪最低。生活垃圾在选取的样品中有机质含量最低,原因可能是由于成分不同很难被重铬酸钾氧化。

2002 所得的氧化校正系数均小于 NY525-2012 的氧化校正系数,说明新标准中重铬酸钾与硫酸溶液的氧化能力低于老标准。

3 结论与讨论

按照 NY525-2012,不同原料有机肥有机质检测,氧化校正系数的差异很大,在 1.30%~1.51%时,这主要与原料的选择和由有机肥料中含还原性物质的量及其氧化难易程度决定。按照基本资源(粪尿、秸秆、绿肥、饼肥)氧化校正系数在 1.32%~1.51%氧化校正系数较高、派生资源(厩肥、堆沤肥、草木灰、沼气肥等)氧化校正系数在 1.30%~1.45%,可利用资源(塘泥、河泥、泥炭、城镇垃圾、污水、污泥、植物性海肥等)氧化校正系数在 1.35%~1.47%。因此,NY525-2012 中有机质测定氧化校正系数定为 1.5 较为笼统。

参考文献:

- [1] 刘睿,王正银,朱洪霞.中国有机肥料研究进展[J].中国农学通报,2007(1):310-313.
- [2] 李书田,刘荣乐.国内外关于有机肥料中重金属安全限量标准的现状与分析[J].农业环境科学学报,2006,25(S):777-782.
- [3] 胡祥娜,金肇熙,钟娇娥,等.国家标准《有机-无机复混肥料》中有机质测定方法的研究[J].土壤肥料,2003(2):33-36.
- [4] 马征,张伯松,徐长英,等.基于有机肥的新标准的有机质测定方法分析[J].江西农业学报,2013,25(5):72-74.

Study on the Calibration Coefficient of Organic Matter in Organic Fertilizer

ZHANG Ming-yi,LIU Ying,LI Yu-ying,HAN Guang,LIU Shuang-quan,JI Jing-hong

(Institute of Soil Fertility and Environmental Resources,Heilongjiang Academy of Agricultural Sciences / Key Laboratory of Environment and Plant Nutrition in Soil of Heilongjiang Province /Heilongjiang Province Fertilizer Engineering Technology Research Center,Harbin,Heilongjiang 150086)

Abstract:Calibration factor set for 1.5 lead the detection of organic matter oxidation increased by “NY525-2012” standard,some even more than 100%. In order to make the organic fertilizer standards more detail and accurate correction,and the organic matter of raw materials of representative samples were tested. The results showed that NY525-2012 in the determination of organic matter oxidation correction factor for 1.5 was more general,in accordance with the basic resources was in 1.32%~1.51% for basic oxidation correction,oxidative correction coefficient for derived resources was in 1.30%~1.45%,the oxidative correction coefficient of available resources was in 1.35%~1.47%.

Keywords:organic fertilizer; organic matter; oxidation correction coefficient

(上接第 44 页)

Abstract:In order to better evaluate the effect of new-type fertilizers on rice production in Heilongjiang province,in the field regional joint experiment,the effects of the application of the new-type compound fertilizers on the growth and yield of different plot temperate rice were studied by comparing the new-type compound fertilizers with conventional fertilizers. The results showed that application of compound fertilizers increased the grain yield by 4.08% in Jiamusi experimental site,however significantly decreased the grain yield by 7.49% in Harbin experimental site,and reduced the grain yield by 5.18% in 291th Farm experimental site. The decline of effective panicles and grains per spike might be the main factors of decrease in rice yield,and the increase of grains per spike and grain weight might be the main factors of enhance in rice yield. In maturity,the application of compound fertilizers increased the dry matter by 5.15% in Jiamusi experimental site,however respectively decreased the dry matter by 4.95% and 3.89% in Harbin and 291th Farm experimental sites. The nitrogen partial factor productivity was 4.08% higher in the compound fertilizers treatment than the conventional control in Jiamusi,however respectively 7.49% and 5.18% lower in the compound fertilizers treatment than the conventional control in Harbin and 291th Farm. The results indicate that there were some differences in the application effect of the new-type compound fertilizers in different rice growing areas in Heilongjiang province.

Keywords:new-type compound fertilizer;Heilongjiang province;rice production;dry matter;yield;nitrogen partial factor productivity;application effect

(该文作者还有王连敏,单位同第一作者;杨忠良,单位为黑龙江省农业科学院五常水稻研究所;唐傲、张喜娟、冷春旭、刘猷红、王立志,单位同第一作者;陈磊,单位为黑龙江省农业科学院;董德建,单位为黑龙江省农业科学院海南繁育基地)