附件二　　肥料檢驗項目之檢驗方法

一、肥料檢驗方法分為化學肥料（不含登記有機質成分之肥料）檢驗方法、有機質肥料（含登記有機質成分之肥料）檢驗方法及微生物肥料檢驗方法等三大類；各類檢驗方法包括主成分、有害成分及限制事項等檢驗項目。

二、肥料檢驗項目之表示法及有效數字，依「肥料種類品目及規格」第四點規定，各檢驗項目如下：

（一）主成分（計 50 項）：

1.氮：全氮、銨態氮、硝酸態氮等 3 項。

2.磷酐：全量、水溶性、檸檬酸溶性、檸檬酸銨溶性等 4 項。

3.氧化鉀：全量、水溶性、檸檬酸溶性等 3 項。

4.氧化鈣：全量、水溶性、檸檬酸溶性、鹽酸溶性等 4 項。

5.氧化鎂：全量、水溶性、檸檬酸溶性、鹽酸溶性等 4 項。

6.氧化矽：全量、水溶性、鹽酸溶性等 3 項。

7.錳：全量、水溶性、檸檬酸溶性等 3 項。

8.硼：全量、水溶性、檸檬酸溶性等 3 項。

9.特殊成分：全硫（硫酸鈣肥料(品目編號 4-17)）、水溶性亞鐵（硫酸亞鐵肥料(品目編號 4-34)）、水溶性鈷（依需要辦理登記並標示之）、氰氮化鈣（氰氮化鈣肥料(品目編號 1-16)）等 4 項。

10.其他：全銅、水溶性銅、全鋅、水溶性鋅、水溶性鐵、水溶性鉬、鹼度、腐植酸、有機質等 9 項。

11.微生物肥料類：根瘤菌、固氮菌、溶磷菌、溶鉀菌等 4 種之有效活菌數及活性共 8 項、叢枝菌根菌之菌根染色、孢子數等 2 項，計 10 項。

（二）有害成分（計 15 項）：

1.硫氰酸、氨基磺酸、二縮脲態氮、亞硝酸、游離硫酸、亞硫酸等 6 項。

2.重金屬砷、汞、鎘、鉻、銅、鎳、鉛、鋅、鈦等 9 項。

（三）限制事項（計 23 項）：

1.特殊項目（13 項）：

(1)尿素態氮（甲醛縮合尿素肥料(品目編號 1-03)、丁烯醛縮合尿素肥料(品目編號 1-04)、異丁醛縮合尿素肥料(品目編號 1-05)）。

(2)氮素初期溶出率（裹覆尿素肥料(品目編號 1-02)、裹覆複合肥料(品目編號 6-02)）。

(3)氮素活性係數（甲醛縮合尿素肥料(品目編號 1-03)）。

(4)胍態氮（硫酸胍基尿素肥料(品目編號 1-06)）。

(5)雙氰胺態氮（硫酸胍基尿素肥料(品目編號 1-06)、氰氮化鈣肥料(品目編號 1-16)）。

(6)硫酸鹽類(以$(NH_4)_2SO_4$表示)（腐植酸銨肥料(品目編號 1-08)）

(7)碳化鈣（氰氮化鈣肥料(品目編號 1-16)）。

(8)檸檬酸溶性磷酐(以原狀肥料四次萃取合計量計算)（磷礦粉肥料(品目編號 2-09)）。

(9)碳酸鈉（氯化鉀肥料(品目編號 3-01)）。

(10)無水硼酸鈉（氯化鉀肥料(品目編號 3-01)）。

(11)硫酸鹽類(以 K_2SO_4 表示)（腐植酸鉀肥料(品目編號 3-06)）。

(12)碳酸鹽類(以 CO_2 表示)（腐植酸鉀肥料(品目編號 3-06)）。

(13)硫酸鹽衍生之氧化鎂（木質磺酸鎂肥料(品目編號 4-05)）。

2.水分、pH 值、碳氮比、電導度值、鈉、氯等 6 項。

3.試驗篩（150 µm、212 µm、355 µm、600 µm、850 µm、1.7 mm、2.0 mm 網目）。

4.微生物肥料類：大腸桿菌群、雜菌率等 2 項。

5.作物毒害試驗。

三、肥料檢驗方法編號原則：

（一）AFS：農業肥料標準 Agriculture Fertilizer Standards。

（二）第 1 碼：1 化學肥料、2 有機質肥料、3 微生物肥料。

（三）第 2 碼：1 主成分、2 有害成分、3 限制事項、4 氮肥類限制事項、5 磷肥類限制事項、6 鉀肥類限制事項、7 次微量要素肥料類限制事項、8 微生物肥料類限制事項、9 有機質物肥料類限制事項、0 其他。

（四）第 3 碼：1 氮、2 磷酐、3 氧化鉀、4 氧化鈣、5 氧化鎂、6 錳、7 硼、8 微生物、9 重金屬、0 其他。

（五）第 4 碼：檢驗項目之型態、特性。

（六）第 5 碼：檢驗方法修訂序號。

（七）方法編號 AFS3181-1 依序表示：農業肥料標準(AFS)微生物肥料(3)主成分(1)微生物(8)豆科根瘤菌菌數及活性(1)-訂定序號 1(1)。

（八）肥料檢驗單位應於檢驗報告標示肥料檢驗方法編號。

四、肥料檢驗方法，依照下列農業肥料標準 AFS 肥料檢驗方法，或參照中華民國國家標準 CNS 肥料檢驗方法，亦可使用高效能，降低廢液處理成本等低污染之精密儀器與設備，進行肥料檢驗工作。

化學肥料主成分（不含登記有機質成分之肥料）

(一)全氮(方法編號 AFS1110-1)

1.適用範圍：肥料中全氮之測定。

2.方法概要

2.1 全氮

2.1.1 各種型態氮素者：利用濃硫酸、水楊酸及硫代硫酸鈉，在高溫處理下，使樣品中各種型態氮素轉為銨態氮。

2.1.2 不含硝酸態氮者：利用濃硫酸及分解促進劑，在高溫處理下，使樣品中含氮化合物轉為銨態氮。

2.1.3 還原鐵法：利用添加還原鐵將硝酸態氮先轉化為銨態氮，再利用濃硫酸及分解促進劑，在高溫處理下，使樣品中各種型態氮素轉為銨態氮。

2.2 正確量取適量上述試樣液，加入氮蒸餾裝置之蒸餾瓶中，再加入氫氧化鈉溶液，使銨態氮轉為氨，經硼酸溶液吸收後，以標準酸溶液滴定之，計算全氮含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.0001 g。

3.3 分解管：100 mL，可耐溫至 400℃以上。

3.4 高溫分解爐：可加熱至 400℃，並能穩定持續維持溫度。

3.5 氮蒸餾裝置。

3.6 數字型滴定器：50 mL，解析度為 0.01 mL。

3.7 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL、2000 mL。

3.8 吸量管：5 mL、10 mL（球型及刻度吸管）。

3.9 pH 測定儀：附有溫度補償功能。

3.10 濾紙：Whatman No.1 或相同規格之濾紙。

3.11 研缽。

3.12 試管振盪器。

3.13 塑膠燒杯：1000 mL。

3.14 塑膠定量瓶：1000 mL。

3.15 燒杯：2000 mL。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 水楊酸（$C_6H_4(OH)(COOH)$）。

4.3 硫代硫酸鈉（$Na_2S_2O_3$）。

4.4 過氧化氫（H_2O_2，30%）。

4.5 100 mg/L 銨標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之硫酸銨（$(NH_4)_2SO_4$）0.3667 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，加入 10 mL 濃硫酸，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。亦可依實驗室實際操作條件調整銨標準液濃度。

4.6 0.01 N 硫酸滴定溶液：正確量取 10.0 mL 市售之滴定標準液級 1 N 硫酸標準液，以試劑水定量稀釋至 1000 mL。亦可使用市售之滴定標準液級 0.01 N 硫酸標準液。亦可依實驗室實際操作條件調整硫酸滴定溶液濃度。

4.7 10 M 氫氧化鈉溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 塑膠燒杯中，稱取氫氧化鈉（NaOH）400 g 邊攪拌邊倒入塑膠燒杯中，至完全溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.8 0.05 M 氫氧化鈉溶液：稱取氫氧化鈉 2.00 g，置於 1000 mL 塑膠燒杯內，加入約 900 mL 試劑水攪拌溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.9 0.05 M 鹽酸溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 4.2 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.10 混合指示劑：正確稱取溴甲酚綠（bromocresol green）0.099 g 及甲基紅（methyl red）0.066 g，以 95%乙醇溶解於 100 mL 定量瓶中，以 95%乙醇定量。或依實驗室實際操作條件調整溴甲酚綠及甲基紅用量比例。

4.11 2%硼酸吸收液：稱取試藥級硼酸（H_3BO_3）40.0 g，置於 2000 mL 燒杯中，加入約 1400 mL 試劑水後，置於電磁加熱攪拌器上，加熱使硼酸溶解，待冷卻至室溫，加入 40 mL 混合指示劑，再加入 400 mL 95%乙醇，混合均勻後，以 0.05 M 氫氧化鈉溶液或 0.05 M 鹽酸溶液調整溶液至呈現暗紫紅色（pH 4.8-5.5），再以試劑水洗滌移入 2000 mL 定量瓶中定量。

4.12 分解促進劑：1 份二氧化硒、1 份硫酸銅及 8 份硫酸鉀之混合物。

4.13 還原鐵：鐵粉。

4.14 德瓦達（Devarda）合金：貯存於緊蓋之瓶中。

4.15 硫酸(1+1)溶液：濃硫酸及試劑水以體積比 1：1 混合。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：

5.2.1 各種型態氮素者：

(1)正確稱取 0.300 g（液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管中，加入 7 mL 濃硫酸及 0.3 g 水楊酸，以試管振盪器混合之，靜置隔夜（需將分解管封口或加蓋以免吸收氨氣）。

(2)隔天加入約 0.3 g 硫代硫酸鈉。將分解管置於高溫加熱分解爐中，先以約 100℃加熱，此時會產生泡沫，若產生過多泡沫量，可先自分解爐上取出冷卻，避免泡沫衝出管口，再置於分解爐上繼續加熱，至不產生泡沫時，以每 20～30 分鐘升溫 50℃之速度增溫至 350℃，在 350℃溫度下，加熱直至固體分解（約需 3 小時）成醬油色為止，期間須注意勿使分解樣品液變乾。

(3)取出放置冷卻，加 2 mL 30%過氧化氫，再置於分解爐中，加熱直至樣品液澄清為止。可視樣品性質差異調整過氧化氫用量及添加次數。

(4)取出於室溫下冷卻，再加入約 40 mL 試劑水，以使其釋出部分稀釋熱，待冷卻至室溫後，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.2.2 不含硝酸態氮者：

(1)正確稱取 0.500～5.000 g（液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管內，加入約 1 g 分解促進劑及加入 20 mL 濃硫酸，以試管振盪器混合之，靜置隔夜。

(2)將分解管置於高溫分解爐上，先以約 100℃加熱，同時以每 30 分鐘升溫

50℃之速度增溫至 350℃，在 350℃溫度下，加熱直至固體完全分解（約需 3 小時）為止，取出放置冷卻至室溫後，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.2.3 還原鐵法：

(1)正確稱取含硝酸態氮者 0.500～5.000 g（液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管內，加入約 30 mL 試劑水並充分混合後，加 5 g 還原鐵及 30 mL 硫酸(1+1)溶液，輕輕振盪混合。靜置使反應衰退後，緩慢加溫並煮沸 15 分鐘。冷卻後，加入約 1 g 分解促進劑及加入 20 mL 濃硫酸，以試管振盪器混合之，靜置隔夜。

(2)同 5.2.2(2)。

5.3 測定：

5.3.1 利用氮蒸餾裝置，將盛有 10～20 mL 2%硼酸吸收液之三角瓶，置於冷凝管下，並將冷凝管端浸入 2%硼酸吸收液內。

5.3.2 加熱蒸餾：

(1)分別正確量取上述 5.2.1、5.2.2、5.2.3 試樣液 10 mL 於蒸餾瓶中，並加入 10 mL 10 M 氫氧化鈉溶液，再進行加熱蒸餾，計時 7 分鐘後（可依實驗室實際操作條件調整），取出三角瓶。

(2)正確量取 5.2.4 試樣液 10 mL 於蒸餾瓶中，加入適量（0.5～1.0 g）德瓦達合金，再加入 10 mL 10 M 氫氧化鈉溶液，進行加熱蒸餾，計時 7 分鐘後（可依實驗室實際操作條件調整），取出三角瓶。

5.3.2 餾出液（綠色）以硫酸滴定溶液滴定至與原硼酸吸收液相同之顏色（紫或紫紅色，可用 pH meter 測到 2%硼酸吸收液之 pH），並記錄滴定毫升數。另對試劑水、樣品空白溶液及銨標準液進行定量，並記錄其滴定毫升數。

6.結果處理

6.1 回收率(%)＝ $\dfrac{(V_1-V_2)\times S\times 14.01\times 100}{N\times (V_5/1000)\times (14.01/18.04)}$

6.2 樣品全氮含量(%)＝ $\dfrac{(V_3-V_4)\times S\times 14.01}{W_t\times 1000}\times \dfrac{100}{\text{回收率}}\times \dfrac{V_7}{V_6}\times 100$

S：硫酸滴定溶液濃度(0.01 N)
N：銨標準液濃度(mg/L)
V_1：銨標準液滴定體積(mL)
V_2：試劑水(空白)滴定體積(mL)
V_3：試樣液滴定體積(mL)
V_4：樣品空白溶液滴定體積(mL)
V_5：蒸餾所用銨標準液體積(mL)
V_6：蒸餾所用試樣液體積(mL)
V_7：試樣液定量體積(mL)
W_t：稱取樣品重(g)

7.品質管制（「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」）：

7.1 空白樣品分析：每 10 個樣品或每一批次（當次樣品少於 10 個時）至少執行 1 個空白樣品分析。

7.2 重複樣品分析：每 10 個樣品或每批次（當次樣品少於 10 個時）至少執行 1 個重複樣品分析，其相對差異百分比應小於 10%，或符合管制圖之規範。

7.3 查核樣品分析：每 10 個樣品或每批次（當次樣品少於 10 個時）至少執行 1 個查核樣品分析，其回收率應介於 80%～120%之間，或符合管制圖之規範。

7.4 可依實驗室實際操作條件調整品質管制各批次樣品之數量。

8.注意事項：蒸餾時用變壓器調節電壓大小，勿使蒸汽過強以致硼酸溫度過高（以不使硼酸溶液之溫度超過 25℃）。

(二)銨態氮(方法編號 AFS1111-1)

1.適用範圍：肥料中銨態氮含量之測定。

2.方法概要：樣品加適量水振盪溶解，正確量取適量試樣液，加入氮蒸餾裝置之蒸餾瓶中，再加入氫氧化鈉溶液，使銨態氮轉為氨，經硼酸溶液吸收後，以標準酸溶液滴定之，計算銨態氮含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.0001 g。

3.3 恆溫水浴振盪機。

3.4 三角瓶：250 mL。

3.5 氮蒸餾裝置。

3.6 數字型滴定器：50 mL，解析度為 0.01 mL。

3.7 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL、2000 mL。

3.8 吸量管：5 mL、10 mL（球型及刻度吸管）。

3.9 pH 測定儀：附有溫度補償功能。

3.10 濾紙：Whatman No.1 或相同規格之濾紙。

3.11 研缽。

3.12 塑膠燒杯：1000 mL。

3.13 塑膠定量瓶：1000 mL。

3.14 燒杯：2000 mL。

3.15 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 100 mg/L 銨標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之硫酸銨（$(NH_4)_2SO_4$）0.3667 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，加入 10 mL 濃硫酸，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。亦可依實驗室實際操作條件調整銨標準液濃度。

4.3 0.01 N 硫酸滴定溶液：正確量取 10.0 mL 市售之滴定標準液級 1 N 硫酸標準液，以試劑水定量稀釋至 1000 mL。亦可使用市售之滴定標準液級 0.01 N 硫酸標準液。亦可依實驗室實際操作條件調整硫酸滴定溶液濃度。

4.4 10 M 氫氧化鈉溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 塑膠燒杯中，稱取氫氧化鈉（NaOH）400 g 邊攪拌邊倒入塑膠燒杯中，至完全溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.5 0.05 M 氫氧化鈉溶液：稱取氫氧化鈉 2.00 g，置於 1000 mL 塑膠燒杯內，加入約 900 mL 試劑水攪拌溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.6 0.05 M 鹽酸溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 4.2 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.7 混合指示劑：正確稱取溴甲酚綠（bromocresol green）0.099 g 及甲基紅（methyl red）0.066 g，以 95%乙醇溶解於 100 mL 定量瓶中，以 95%乙醇定量。或依實驗室實際操作條件調整溴甲酚綠及甲基紅用量比例。

4.8 2%硼酸吸收液：稱取試藥級硼酸（H_3BO_3）40.0 g，置於 2000 mL 燒杯中，加入約 1400 mL 試劑水後，置於電磁加熱攪拌器上，加熱使硼酸溶解，待冷卻至室溫，加入 40 mL 混合指示劑，再加入 400 mL 95%乙醇，混合均勻後，以 0.05 M 氫氧化鈉溶液或 0.05 M 鹽酸溶液調整溶液至呈現暗紫紅色（pH 4.8-5.5），再以試劑水洗滌移入 2000 mL 定量瓶中定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 0.500～2.500 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 試劑水，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 利用氮蒸餾裝置，將盛有 10～20 mL 2%硼酸吸收液之三角瓶，置於冷凝管下，並將冷凝管端浸入 2%硼酸吸收液內。

5.3.2 加熱蒸餾：正確量取 10 mL 試樣液於蒸餾瓶中，並加入 10 mL 10 M 氫氧化鈉溶液，再進行加熱蒸餾，計時 7 分鐘後（可依實驗室實際操作條件調整），取出三角瓶。

5.3.3 餾出液（綠色）以硫酸滴定溶液滴定至與原硼酸吸收液相同之顏色（紫或紫紅色，可用 pH meter 測到 2%硼酸吸收液之 pH），並記錄滴定毫升數。另對試劑水、樣品空白溶液及銨標準液進行定量，並記錄其滴定毫升數。

6.結果處理

6.1 回收率(%)＝ $\dfrac{(V_1-V_2)\times S\times 14.01\times 100}{N\times (V_5/1000)\times (14.01/18.04)}$

6.2 樣品銨態氮含量(%)＝ $\dfrac{(V_3-V_4)\times S\times 14.01}{W_t\times 1000}\times \dfrac{100}{\text{回收率}}\times \dfrac{V_7}{V_6}\times 100$

S：硫酸滴定溶液濃度(0.01 N)

N：銨標準液濃度(mg/L)

V_1：銨標準液滴定體積(mL)

V_2：試劑水(空白)滴定體積(mL)

V_3：試樣液滴定體積(mL)

V_4：樣品空白溶液滴定體積(mL)

V_5：蒸餾所用銨標準液體積(mL)

V_6：蒸餾所用試樣液體積(mL)

V_7：試樣液定量體積(mL)

W_t：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項：蒸餾時用變壓器調節電壓大小，勿使蒸汽過強以致硼酸溫度過高（以

不使硼酸溶液之溫度超過 25℃）。

(三)硝酸態氮(方法編號 AFS1112-1)

1.適用範圍：肥料中硝酸態氮含量之測定。

2.方法概要：樣品加適量水經振盪溶解，正確量取適量上述試樣液，加入氮蒸餾裝置之蒸餾瓶中，加入德瓦達合金，使硝酸態氮轉為銨態氮，再加入氫氧化鈉溶液，使銨態氮轉為氨，經硼酸溶液吸收後，以標準酸溶液滴定之，計算硝酸態氮含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.0001 g。

3.3 恆溫水浴振盪機。

3.4 三角瓶：250 mL。

3.5 氮蒸餾裝置。

3.6 數字型滴定器：50 mL，解析度為 0.01 mL。

3.7 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL、2000 mL。

3.8 吸量管：5 mL、10 mL（球型及刻度吸管）。

3.9 pH 測定儀：附有溫度補償功能。

3.10 濾紙：Whatman No.1 或相同規格之濾紙。

3.11 研缽。

3.12 塑膠燒杯：1000 mL。

3.13 塑膠定量瓶：1000 mL。

3.14 燒杯：2000 mL。

3.15 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 100 mg/L 銨標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之硫酸銨($(NH_4)_2SO_4$)0.3667 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，加入 10 mL 濃硫酸，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。亦可依實驗室實際操作條件調整銨標準液濃度。

4.3 0.01 N 硫酸滴定溶液：正確量取 10.0 mL 市售之滴定標準液級 1 N 硫酸標準液，以試劑水定量稀釋至 1000 mL。亦可使用市售之滴定標準液級 0.01 N 硫酸標準液。亦可依實驗室實際操作條件調整硫酸滴定溶液濃度。

4.4 10 M 氫氧化鈉溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 塑膠燒杯中，稱取氫氧化鈉（NaOH）400 g 邊攪拌邊倒入塑膠燒杯中，至完全溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.5 0.05 M 氫氧化鈉溶液：稱取氫氧化鈉 2.00 g，置於 1000 mL 塑膠燒杯內，加入約 900 mL 試劑水攪拌溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.6 0.05 M 鹽酸溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 4.2 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.7 混合指示劑：正確稱取溴甲酚綠(bromocresol green)0.099 g 及甲基紅(methyl

red）0.066 g，以 95%乙醇溶解於 100 mL 定量瓶中，以 95%乙醇定量。或依實驗室實際操作條件調整溴甲酚綠及甲基紅用量比例。

4.8 2%硼酸吸收液：稱取試藥級硼酸（H_3BO_3）40.0 g，置於 2000 mL 燒杯中，加入約 1400 mL 試劑水後，置於電磁加熱攪拌器上，加熱使硼酸溶解，待冷卻至室溫，加入 40 mL 混合指示劑，再加入 400 mL 95%乙醇，混合均勻後，以 0.05 M 氫氧化鈉溶液或 0.05 M 鹽酸溶液調整溶液至呈現暗紫紅色（pH 4.8-5.5），再以試劑水洗滌移入 2000 mL 定量瓶中定量。

4.9 德瓦達（Devarda）合金：貯存於緊蓋之瓶中。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 0.500～2.500 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 試劑水，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 利用氮蒸餾裝置，將盛有 10～20 mL 2%硼酸吸收液之三角瓶，置於冷凝管下，並將冷凝管端浸入 2%硼酸吸收液內。

5.3.2 加熱蒸餾：正確量取 10 mL 試樣液於蒸餾瓶中，加入適量（0.5～1.0 g）德瓦達合金，再加入 10 mL 10 M 氫氧化鈉溶液，進行加熱蒸餾，計時 7 分鐘後（可依實驗室實際操作條件調整），取出三角瓶。

5.3.3 餾出液（綠色）以硫酸滴定溶液滴定至與原硼酸吸收液相同之顏色（紫或紫紅色，可用 pH meter 測到 2%硼酸吸收液之 pH），並記錄滴定毫升數。另對試劑水、樣品空白溶液及銨標準液進行定量，並記錄其滴定毫升數。

6.結果處理

6.1 回收率(%)＝ $\dfrac{(V_1-V_2)\times S\times 14.01\times 100}{N\times (V_5/1000)\times (14.01/18.04)}$

6.2 樣品硝酸態氮含量(%)＝ $\dfrac{(V_3-V_4)\times S\times 14.01}{W_t\times 1000}\times\dfrac{100}{\text{回收率}}\times\dfrac{V_7}{V_6}\times 100$

S：硫酸滴定溶液濃度(0.01 N)

N：銨標準液濃度(mg/L)

V_1：銨標準液滴定體積(mL)

V_2：試劑水(空白)滴定體積(mL)

V_3：試樣液滴定體積(mL)

V_4：樣品空白溶液滴定體積(mL)

V_5：蒸餾所用銨標準液體積(mL)

V_6：蒸餾所用試樣液體積(mL)

V_7：試樣液定量體積(mL)

W_t：稱取樣品重(g)

6.3 樣品中實際硝酸態氮含量須扣掉樣品中銨態氮含量（銨態氮(方法編號 AFS1111-1)）。

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項：蒸餾時用變壓器調節電壓大小，勿使蒸汽過強以致硼酸溫度過高（以不使硼酸溶液之溫度超過 25℃）。

(四)全磷酐(方法編號 AFS1120-1)

1.適用範圍：肥料中全磷酐含量之測定。

2.方法概要：樣品經王水（濃鹽酸及濃硝酸體積比 3：1）消解，利用鉬黃法或感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算全磷酐含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.001g。

3.3 分光光度計。

3.4 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.5 錶玻璃。

3.6 高腳燒杯：150 mL。

3.7 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.8 分解管：100 mL。

3.9 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.10 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.11 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.12 分注器：10 mL。

3.13 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.14 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃鹽酸。

4.3 濃硝酸。

4.4 約 2 M 鹽酸溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1：5 混合。

4.5 背景液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 42 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，並以試劑水定量。

4.6 3.5 M 硫酸溶液：取約 500 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確量取 194 mL 濃硫酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.7 1000 mg/L 磷標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之磷酸二氫鉀（KH_2PO_4）4.3871 g，先以試劑水溶解後，加入 25 mL 3.5 M 硫酸溶液，以試劑水洗滌移入 1000 mL 定量瓶中定量。亦可使用市售之 ICP 分析級標準液。

4.8 50 mg/L 磷標準液：正確量取 5.0 mL 1000 mg/L 磷標準液，以試劑水定量至 100 mL。亦可依實驗室實際操作條件調整磷標準液濃度。

4.9 硝酸-釩酸-鉬酸呈色劑（鉬黃法試劑）：稱取鉬酸銨（ammonium molybdate，$(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$）25 g 溶解於 400 mL 試劑水中，此為 A 液。溶解偏釩酸銨（ammonium metavanadate，NH_4VO_3）1.25 g 於 300 mL 煮沸之試劑水中，冷卻後再加入 250 mL 濃硝酸，待冷，此為 B 液。將 B 液倒入 1000 mL 定量瓶中，再將 A 液倒入混合，以試劑水定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 2.000 g，置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐中或加熱板徐徐加熱，若激烈產生泡沫時，移離，放冷片刻，俟激烈反應終了，稍微移開分解管蓋或錶玻璃繼續加熱蒸發至幾近乾涸，待冷卻後，以 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸沿著內壁洗滌加入，重複加熱蒸發至幾近乾涸。加入約 2 M 鹽酸溶液 25 mL，稍為加熱使之溶解，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 100 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 鉬黃法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、2.0、4.0、6.0、8.0 與 10.0 mL 50 mg/L 磷標準液，分別加入 6 個 50 mL 定量瓶中，加約 20 mL 背景液，再加入 10 mL 硝酸-釩酸-鉬酸呈色劑，混合後，以背景液定量，其濃度分別為 0、2.0、4.0、6.0、8.0 及 10.0 mg/L，混合均勻，靜置 20 分鐘後，在 420 nm 波長下測定其吸光度，製作標準檢量曲線。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)正確量取 5.0 mL 試樣液置於 50 mL 定量瓶中，依上述檢量線樣品製作程序製備待測樣品液，在 420 nm 波長下測定其吸光度。另對樣品空白溶液進行測定，並記錄其吸光度。

5.3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 及 20.0 mL 1000 mg/L 磷標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液定量，其濃度分別為 0、10.0、20.0、40.0、80.0、100.0 及 200.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

6.1 鉬黃法：

$$樣品全磷濃度(g/kg)=\frac{(A-B)\times V_1\times V_2\times f}{W\times V_3\times 1000}$$

全磷酐含量(%)＝樣品全磷濃度(g/kg)/10×142/62

A：試樣液磷濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液磷濃度(mg/L)

f：稀釋倍數

V_1：試樣液定量體積(mL)

V_2：試樣液呈色定量體積(mL)

V_3：試樣液呈色量取體積(mL)

W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

$$樣品全磷濃度(mg/kg)=\frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

全磷酐含量(%)＝樣品全磷濃度(mg/kg)/10000×142/62

A：試樣液磷濃度(mg/L)

B：樣品空白溶液磷濃度(mg/L)。

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制（「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」）：

7.1 檢量線製作：每次樣品應重新製作檢量線，其線性相關係數(R 值)應大於或等於 0.995。

7.2 檢量線查核：完成檢量線製作後，必須以另一不同來源或不同批號之標準品配製一接近檢量線中間濃度之查核標準液進行檢量線查核。又每批次分析結束或每隔 20 個樣品，亦必須以該溶液進行檢量線查核，其相對誤差值應在±10%以內。

7.3 查核溶液分析：以另一不同來源或不同批號之標準品配製之查核溶液，每 10 個樣品或每批次（當次樣品少於 10 個時）至少執行一次查核，其回收率應介於 80%～120%之間，或符合管制圖之規範

7.4 空白樣品分析：每 10 個樣品或每批次（當次樣品少於 10 個時）至少執行 1 個空白樣品分析。空白分析值可接受標準應小於二倍方法偵測極限。

7.5 重複樣品分析：每 10 個樣品或每批次（當次樣品少於 10 個時）至少執行 1 個重複樣品分析，其相對差異百分比應小於 10%，或符合管制圖之規範。

7.6 添加樣品分析：每 10 個樣品或每批次（當次樣品少於 10 個時）至少執行 1 個添加樣品分析，其回收率應介於 80%～120%之間，或符合管制圖之規範。

7.7 樣品濃度若大於檢量線之檢量範圍時，應將樣品稀釋後再行測定。

7.8 可依實驗室實際操作條件調整品質管制各批次樣品之數量。

(五)水溶性磷酐(方法編號 AFS1121-1)

1.適用範圍：肥料中水溶性磷酐含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取溶性磷酐，利用鉬黃法或感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算水溶性磷酐含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.001g。

3.3 分光光度計。

3.4 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.5 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.6 三角瓶：250 mL。

3.7 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.8 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.9 分注器：10 mL。

3.10 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.11 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 背景液：試劑水。

4.3 3.5 M 硫酸溶液：取約 500 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確量取 194 mL 濃硫酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至

室溫，以試劑水定量。

4.4 1000 mg/L 磷標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之磷酸二氫鉀（KH_2PO_4）4.3871 g，先以試劑水溶解後，加入 25 mL 3.5 M 硫酸溶液，以試劑水洗滌移入 1000 mL 定量瓶中定量。亦可使用市售之 ICP 分析級標準液。

4.5 50 mg/L 磷標準液：正確量取 5.0 mL 1000 mg/L 磷標準液，以試劑水定量至 100 mL。亦可依實驗室實際操作條件調整磷標準液濃度。

4.6 硝酸-釩酸-鉬酸呈色劑（鉬黃法試劑）：稱取鉬酸銨（ammonium molybdate，$(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$）25 g 溶解於 400 mL 試劑水中，此為 A 液。溶解偏釩酸銨（ammonium metavanadate，NH_4VO_3）1.25 g 於 300 mL 煮沸之試劑水中，冷卻後再加入 250 mL 濃硝酸，待冷，此為 B 液。將 B 液倒入 1000 mL 定量瓶中，再將 A 液倒入混合，以試劑水定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 100 mL 試劑水，置於加熱板上煮沸 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 鉬黃法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、2.0、4.0、6.0、8.0 與 10.0 mL 50 mg/L 磷標準液，分別加入 6 個 50 mL 定量瓶中，加約 20 mL 背景液，再加入 10 mL 硝酸-釩酸-鉬酸呈色劑，混合後，以背景液定量，其濃度分別為 0、2.0、4.0、6.0、8.0 及 10.0 mg/L，混合均勻，靜置 20 分鐘後，在 420 nm 波長下測定其吸光度，製作標準檢量曲線。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)正確量取 5.0 mL 試樣液置於 50 mL 定量瓶中，依上述檢量線樣品製作程序製備待測樣品液，在 420 nm 波長下測定其吸光度。另對樣品空白溶液進行測定，並記錄其吸光度。

5.3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 及 20.0 mL 1000 mg/L 磷標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液定量，其濃度分別為 0、10.0、20.0、40.0、80.0、100.0 及 200.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

6.1 鉬黃法：

$$樣品水溶性磷濃度(g/kg) = \frac{(A-B)\times V_1\times V_2\times f}{W\times V_3\times 1000}$$

水溶性磷酐含量(%)＝水溶性磷濃度(g/kg)/10×142/62

A：試樣液磷濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液磷濃度(mg/L)

f：稀釋倍數

V_1：試樣液定量體積(mL)

V_2：試樣液呈色定量體積(mL)
V_3：試樣液呈色量取體積(mL)
W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

$$樣品水溶性磷濃度(mg/kg) = \frac{(A-B) \times V \times 1000 \times f}{W \times 1000}$$

水溶性磷酐含量(%)＝水溶性磷濃度(mg/kg)/10000×142/62

A：試樣液磷濃度(mg/L)
B：樣品空白溶液磷濃度(mg/L)。
V：試樣液定量體積(mL)
f：稀釋倍數
W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(六)檸檬酸溶性磷酐(方法編號 AFS1122-1)

1.適用範圍：肥料中檸檬酸溶性磷酐含量之測定。

2.方法概要：樣品以水、檸檬酸萃取溶性磷酐，利用鉬黃法或感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算檸檬酸溶性磷酐含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 105℃±5℃者。
3.2 分析天平：解析度 0.001g。
3.3 分光光度計。
3.4 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。
3.5 恆溫水浴振盪機。
3.6 三角瓶：250 mL。
3.7 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。
3.8 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。
3.9 分注器：10 mL。
3.10 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。
3.11 研缽。
3.12 塑膠塞、石蠟膜。
3.13 燒杯：100 mL。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。
4.2 檸檬酸溶液：正確稱取 100.0 g 試藥級檸檬酸，以少量試劑水溶解後，移入 1000 mL 定量瓶中，再以試劑水定量，另加 0.5 g 水楊酸可長期保存，使用時，以試劑水稀釋 5 倍。
4.3 背景液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確稱取 12 g 檸檬酸，以試劑水溶解後，加入定量瓶中，並以試劑水定量。
4.4 3.5 M 硫酸溶液：取約 500 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確量取 194 mL 濃硫酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。
4.5 1000 mg/L 磷標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之磷酸二氫鉀（KH_2PO_4）

4.3871 g，先以試劑水溶解後，加入 25 mL 3.5 M 硫酸溶液，以試劑水洗滌移入 1000 mL 定量瓶中定量。亦可使用市售之 ICP 分析級標準液。

4.6 50 mg/L 磷標準液：正確量取 5.0 mL 1000 mg/L 磷標準液，以試劑水定量至 100 mL。亦可依實驗室實際操作條件調整磷標準液濃度。

4.7 硝酸-釩酸-鉬酸呈色劑（鉬黃法試劑）：稱取鉬酸銨（ammonium molybdate，$(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$）25 g 溶解於 400 mL 試劑水中，此為 A 液。溶解偏釩酸銨（ammonium metavanadate，NH_4VO_3）1.25 g 於 300 mL 煮沸之試劑水中，冷卻後再加入 250 mL 濃硝酸，待冷，此為 B 液。將 B 液倒入 1000 mL 定量瓶中，再將 A 液倒入混合，以試劑水定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：

5.2.1 正確稱取 1.000 g，置於 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 檸檬酸溶液，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.2.2 若為鹼性肥料：

(1)正確稱取 1.000 g，置於 100 mL 燒杯中，加入 20～25 mL 試劑水，充分攪拌後，以傾析法將上澄液傾倒過濾，同樣操作重複 3 次，將不溶殘渣移至濾紙上，以試劑水洗滌至濾液約為 200 mL，再加入適量濃硝酸使溶液接近清澈，以試劑水將濾液洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾為第一溶液。

(2)將不溶殘渣及濾紙移入 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 檸檬酸溶液，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，搖動至濾紙完全破壞，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾為第二溶液。

(3)正確量取等量之第一溶液及第二溶液混合，供作定量用。

5.3 測定：

5.3.1 鉬黃法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、2.0、4.0、6.0、8.0 與 10.0 mL 50 mg/L 磷標準液，分別加入 6 個 50 mL 定量瓶中，加約 20 mL 背景液，再加入 10 mL 硝酸-釩酸-鉬酸呈色劑，混合後，以背景液定量，其濃度分別為 0、2.0、4.0、6.0、8.0 及 10.0 mg/L，混合均勻，靜置 20 分鐘後，在 420 nm 波長下測定其吸光度，製作標準檢量曲線。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)正確量取 5.0 mL 試樣液置於 50 mL 定量瓶中，依上述檢量線樣品製作程序製備待測樣品液，在 420 nm 波長下測定其吸光度。另對樣品空白溶液進行測定，並記錄其吸光度。

5.3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 及 20.0 mL 1000 mg/L 磷標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液定量，其濃度分別為 0、10.0、20.0、40.0、80.0、100.0 及 200.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

6.1 鉬黃法：

$$\text{樣品檸檬酸溶性磷濃度(g/kg)}=\frac{(A-B)\times V_1\times V_2\times f}{W\times V_3\times 1000}$$

檸檬酸溶性磷酐含量(%)＝檸檬酸溶性磷濃度(g/kg)/10×142/62

A：試樣液磷濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液磷濃度(mg/L)

f：稀釋倍數

V_1：試樣液定量體積(mL)

V_2：試樣液呈色定量體積(mL)

V_3：試樣液呈色量取體積(mL)

W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

$$\text{樣品檸檬酸溶性磷濃度(mg/kg)}=\frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

檸檬酸溶性磷酐含量(%)＝檸檬酸溶性磷濃度(mg/kg)/10000×142/62

A：試樣液磷濃度(mg/L)

B：樣品空白溶液磷濃度(mg/L)。

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(七)檸檬酸銨溶性磷酐(方法編號 AFS1123-1)

1.適用範圍：肥料中檸檬酸銨溶性磷酐含量之測定。

2.方法概要：樣品以水、檸檬酸銨萃取溶性磷酐，利用鉬黃法或感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算檸檬酸銨溶性磷酐含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.001g。

3.3 分光光度計。

3.4 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.5 恆溫水浴振盪機。

3.6 三角瓶：250 mL。

3.7 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.8 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.9 分注器：10 mL。

3.10 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.11 研缽。

3.12 塑膠塞、石蠟膜。

3.13 燒杯：100 mL。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硝酸。

4.3 氨水（10%）。

4.4 Petermann's 檸檬酸銨溶液：正確稱取 173.0g 試藥級檸檬酸，以少量試劑水溶解，一面冷卻，一面緩慢加入相當於氮 42.0 g 之 10%氨水 510.0 g，待冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 1000 mL 定量瓶中定量。

4.5 背景液：Petermann's 檸檬酸銨溶液及試劑水以體積比 1：2.5 混合。

4.6 3.5 M 硫酸溶液：取約 500 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確量取 194 mL 濃硫酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.7 1000 mg/L 磷標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之磷酸二氫鉀（KH_2PO_4）4.3871 g，先以試劑水溶解後，加入 25 mL 3.5 M 硫酸溶液，以試劑水洗滌移入 1000 mL 定量瓶中定量。亦可使用市售之 ICP 分析級標準液。

4.8 50 mg/L 磷標準液：正確量取 5.0 mL 1000 mg/L 磷標準液，以試劑水定量至 100 mL。亦可依實驗室實際操作條件調整磷標準液濃度。

4.9 硝酸-釩酸-鉬酸呈色劑（鉬黃法試劑）：稱取鉬酸銨（ammonium molybdate，$(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$）25 g 溶解於 400 mL 試劑水中，此為 A 液。溶解偏釩酸銨（ammonium metavanadate，NH_4VO_3）1.25 g 於 300 mL 煮沸之試劑水中，冷卻後再加入 250 mL 濃硝酸，待冷，此為 B 液。將 B 液倒入 1000 mL 定量瓶中，再將 A 液倒入混合，以試劑水定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：

5.2.1 正確稱取 2.500 g，置於 100 mL 燒杯中，加入 20～25 mL 試劑水，充分攪拌後，以傾析法將上澄液傾倒過濾，同樣操作重複 3 次，將不溶殘渣移至濾紙上，以試劑水洗滌至濾液約為 200 mL，再加入適量濃硝酸使溶液接近清澈，以試劑水將濾液洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾為第一溶液。

5.2.2 將不溶殘渣及濾紙移入 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL Petermann's 檸檬酸銨溶液，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，搖動至濾紙完全破壞，在 65℃恆溫水浴 1 小時，期間每 15 分鐘搖動 1 次，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾為第二溶液。

5.2.3 正確量取等量之第一溶液及第二溶液混合，供作定量用。

5.3 測定：

5.3.1 鉬黃法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、2.0、4.0、6.0、8.0 與 10.0 mL 50 mg/L 磷標準液，分別加入 6 個 50 mL 定量瓶中，加約 20 mL 背景液，再加入 10 mL 硝酸-釩酸-鉬酸呈色劑，混合後，以背景液定量，其濃度分別為 0、2.0、4.0、6.0、8.0 及 10.0 mg/L，混合均勻，靜置 20 分鐘後，在 420 nm 波長下測定其吸光度，製作標準檢量曲線。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)正確量取 5.0 mL 試樣液置於 50 mL 定量瓶中，依上述檢量線樣品製作程序製備待測樣品液，在 420 nm 波長下測定其吸光度。另對樣品空白溶液進行測定，並記錄其吸光度。

5.3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 及 20.0 mL 1000 mg/L 磷標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、10.0、20.0、40.0、80.0、100.0 及 200.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

6.1 鉬黃法：

$$樣品檸檬酸銨溶性磷濃度(g/kg) = \frac{(A-B)\times V_1\times V_2\times f}{W\times V_3\times 1000}$$

檸檬酸銨溶性磷酐含量(%)＝檸檬酸銨溶性磷濃度(g/kg)/10×142/62

A：試樣液磷濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液磷濃度(mg/L)

f：稀釋倍數

V_1：試樣液定量體積(mL)

V_2：試樣液呈色定量體積(mL)

V_3：試樣液呈色量取體積(mL)

W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

$$樣品檸檬酸銨溶性磷濃度(mg/kg) = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

檸檬酸銨溶性磷酐含量(%)＝檸檬酸銨溶性磷濃度(mg/kg)/10000×142/62

A：試樣液磷濃度(mg/L)

B：樣品空白溶液磷濃度(mg/L)。

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(八)全氧化鉀(方法編號 AFS1130-1)

1.適用範圍：肥料中全氧化鉀含量之測定。

2.方法概要：樣品經王水（濃鹽酸及濃硝酸體積比 3：1）消解，利用火焰光光度計或感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算全氧化鉀含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.001g。

3.3 火焰光度計。

3.4 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.5 錶玻璃。

3.6 高腳燒杯：150 mL。

3.7 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.8 分解管：100 mL。

3.9 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.10 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.11 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.12 分注器：10 mL。

3.13 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.14 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃鹽酸。

4.3 濃硝酸。

4.4 約 2 M 鹽酸溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1：5 混合。

4.5 背景液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 42 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，並以試劑水定量。

4.6 1000 mg/L 鉀標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之氯化鉀（KCl）1.9068 g 或硫酸鉀（K_2SO_4）2.2284 g 溶解於水，倒入 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量。亦可使用市售之 ICP 分析級標準液。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 2.000 g，置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加

熱分解爐中或加熱板徐徐加熱，若激烈產生泡沫時，移離，放冷片刻，俟激烈反應終了，稍微移開分解管蓋或錶玻璃繼續加熱蒸發至幾近乾涸，待冷卻後，以 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸沿著內壁洗滌加入，重複加熱蒸發至幾近乾涸。加入約 2 M 鹽酸溶液 25 mL，稍為加熱使之溶解，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 100 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 火焰光度計法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.6、3.2、4.8、6.4、8.0 及 9.6 mL 1000 mg/L 鉀標準液，分別加入 7 個 200 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、8、16、24、32、40、48 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以火焰光度計測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以火焰光度計測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

5.3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 及 20.0 mL 1000 mg/L 鉀標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、10.0、20.0、40.0、80.0、100.0 及 200.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

6.1 火焰光光度計法：

$$\text{樣品全鉀濃度(g/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times f}{W\times 1000}$$

全氧化鉀含量(%)＝全鉀濃度(g/kg)/10×94/78

A：試樣液鉀濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鉀濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

$$\text{樣品全鉀濃度(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

全氧化鉀含量(%)＝全態鉀濃度(mg/kg)/10000×94/78

A：試樣液鉀濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鉀濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(九)水溶性氧化鉀(方法編號 AFS1131-1)

1.適用範圍：肥料中水溶性氧化鉀含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取溶性氧化鉀，利用火焰光光度計或感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算水溶性氧化鉀含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.001g。

3.3 火焰光度計。

3.4 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.5 三角瓶：250 mL。

3.6 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.7 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.8 分注器：10 mL。

3.9 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.10 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 背景液：試劑水。

4.3 1000 mg/L 鉀標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之氯化鉀（KCl）1.9068 g 或硫酸鉀（K_2SO_4）2.2284 g 溶解於水，倒入 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量。亦可使用市售之 ICP 分析級標準液。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：水溶性氧化鉀：正確稱取 1.000 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 100 mL 試劑水，置於加熱板上煮沸 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 火焰光度計法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.6、3.2、4.8、6.4、8.0 及 9.6 mL 1000 mg/L 鉀標準液，分別加入 7 個 200 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、8、16、24、32、40、48 mg/L。亦可依實驗室實際操作條

件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以火焰光度計測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以火焰光度計測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

5.3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 及 20.0 mL 1000 mg/L 鉀標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、10.0、20.0、40.0、80.0、100.0 及 200.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

6.1 火焰光光度計法：

$$\text{樣品水溶性鉀濃度(g/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times f}{W\times 1000}$$

水溶性氧化鉀含量(%)＝水溶性鉀濃度(g/kg)/10×94/78

A：試樣液鉀濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鉀濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

$$\text{樣品水溶性鉀濃度(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

水溶性氧化鉀含量(%)＝水溶性鉀濃度(mg/kg)/10000×94/78

A：試樣液鉀濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鉀濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(十)檸檬酸溶性氧化鉀(方法編號 AFS1132-1)

1.適用範圍：肥料中檸檬酸溶性氧化鉀含量之測定。

2.方法概要：樣品以檸檬酸萃取溶性氧化鉀，利用火焰光光度計或感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算檸檬酸溶性氧化鉀含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.001g。

3.3 火焰光度計。

3.4 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.5 恆溫水浴振盪機。

3.6 三角瓶：250 mL。

3.7 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.8 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.9 分注器：10 mL。

3.10 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.11 研缽。

3.12 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 檸檬酸溶液：正確稱取 100.0 g 試藥級檸檬酸，以少量試劑水溶解後，移入 1000 mL 定量瓶中，再以試劑水定量，另加 0.5 g 水楊酸可長期保存，使用時，以試劑水稀釋 5 倍。

4.3 背景液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確稱取 12 g 檸檬酸，以試劑水溶解後，加入定量瓶中，再以試劑水定量。

4.4 1000 mg/L 鉀標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之氯化鉀（KCl）1.9068 g 或硫酸鉀（K_2SO_4）2.2284 g 溶解於水，倒入 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量。亦可使用市售之 ICP 分析級標準液。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g，置於 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 檸檬酸溶液，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 火焰光度計法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.6、3.2、4.8、6.4、8.0 及 9.6 mL 1000 mg/L 鉀標準液，分別加入 7 個 200 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、8、16、24、32、40、48 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以火焰光度計測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以火焰光度計測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

5.3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 及 20.0 mL 1000 mg/L 鉀標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、10.0、20.0、40.0、80.0、100.0 及 200.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

6.1 火焰光光度計法：

$$\text{樣品檸檬酸溶性鉀濃度(g/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times f}{W\times 1000}$$

檸檬酸溶性氧化鉀含量(%)＝檸檬酸溶性鉀濃度(g/kg)/10×94/78

A：試樣液鉀濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鉀濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

$$\text{樣品檸檬酸溶性鉀濃度(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

檸檬酸溶性氧化鉀含量(%)＝檸檬酸溶性鉀濃度(mg/kg)/10000×94/78

A：試樣液鉀濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鉀濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(十一)全氧化鈣(方法編號 AFS1140-1)

1.適用範圍：肥料中全氧化鈣含量之測定。

2.方法概要：樣品經王水（濃鹽酸及濃硝酸體積比 3：1）消解，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算全氧化鈣含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 鉎玻璃。

3.4 高腳燒杯：150 mL。

3.5 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.6 分解管：100 mL。

3.7 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.8 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.9 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.10 分注器：10 mL。

3.11 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.12 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃鹽酸。

4.3 濃硝酸。

4.4 約 2 M 鹽酸溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1：5 混合。

4.5 背景液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 42 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，並以試劑水定量。

4.6 1000 mg/L 鈣標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.7 100 mg/L 鈣標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 鈣標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 2.000 g，置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐中或加熱板徐徐加熱，若激烈產生泡沫時，移離，放冷片刻，俟激烈反應終了，稍微移開分解管蓋或錶玻璃繼續加熱蒸發至幾近乾涸，待冷卻後，以 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸沿著內壁洗滌加入，重複加熱蒸發至幾近乾涸。加入約 2 M 鹽酸溶液 25 mL，稍為加熱使之溶解，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 100 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 100 mg/L 鈣標準液及 1.0、3.0、5.0 mL 1000 mg/L 鈣標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、1.0、3.0、5.0、10.0、30.0 及 50.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$樣品全鈣濃度(mg/kg)＝\frac{(A－B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

全氧化鈣含量(%)＝全鈣濃度(mg/kg)/10000×56/40

A：試樣液鈣濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鈣濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(十二)水溶性氧化鈣(方法編號 AFS1141-1)

1.適用範圍：肥料中水溶性氧化鈣含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取溶性氧化鈣，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算水溶性氧化鈣含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 三角瓶：250 mL。

3.4 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.5 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.6 分注器：10 mL。

3.7 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.8 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 背景液：試劑水。

4.3 1000 mg/L 鈣標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.4 100 mg/L 鈣標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 鈣標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 100 mL 試劑水，置於加熱板上煮沸 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗

滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 100 mg/L 鈣標準液及 1.0、3.0、5.0 mL 1000 mg/L 鈣標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、1.0、3.0、5.0、10.0、30.0 及 50.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$\text{樣品水溶性鈣濃度(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

水溶性氧化鈣含量(%)＝水溶性鈣濃度(mg/kg)/10000×56/40

A：試樣液鈣濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鈣濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(十三)檸檬酸溶性氧化鈣(方法編號 AFS1142-1)

1.適用範圍：肥料中檸檬酸溶性氧化鈣含量之測定。

2.方法概要：樣品以檸檬酸萃取溶性氧化鈣，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算檸檬酸溶性氧化鈣含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 恆溫水浴振盪機。

3.4 三角瓶：250 mL。

3.5 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.6 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.7 分注器：10 mL。

3.8 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.9 研缽。

3.10 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 檸檬酸溶液：正確稱取 100.0 g 試藥級檸檬酸，以少量試劑水溶解後，移入 1000 mL 定量瓶中，再以試劑水定量，另加 0.5 g 水楊酸可長期保存，使用時，以試劑水稀釋 5 倍。

4.3 背景液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確稱取 12 g 檸檬酸，以試劑水溶解後，加入定量瓶中，再以試劑水定量。

4.4 1000 mg/L 鈣標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.5 100 mg/L 鈣標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 鈣標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g，置於 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 檸檬酸溶液，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 100 mg/L 鈣標準液及 1.0、3.0、5.0 mL 1000 mg/L 鈣標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、1.0、3.0、5.0、10.0、30.0 及 50.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$\text{樣品檸檬酸溶性鈣濃度(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

檸檬酸溶性氧化鈣含量(%)＝檸檬酸溶性鈣濃度(mg/kg)/10000×56/40

A：試樣液鈣濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鈣濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(十四)鹽酸溶性氧化鈣(方法編號 AFS1143-1)

1.適用範圍：肥料中鹽酸溶性氧化鈣含量之測定。

2.方法概要：樣品以鹽酸萃取溶性氧化鈣，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢

測，計算鹽酸溶性氧化鈣含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 恆溫水浴振盪機。

3.4 三角瓶：250 mL。

3.5 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.6 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.7 分注器：10 mL。

3.8 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.9 研缽。

3.10 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 0.5 M 鹽酸溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 42 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.3 背景液：0.5 M 鹽酸溶液，同 4.2。

4.4 1000 mg/L 鈣標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.5 100 mg/L 鈣標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 鈣標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g，置於 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 0.5 M 鹽酸溶液，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 100 mg/L 鈣標準液及 1.0、3.0、5.0 mL 1000 mg/L 鈣標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、1.0、3.0、5.0、10.0、30.0 及 50.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空

白溶液進行測定。

6.結果處理

$$樣品鹽酸溶性鈣濃度(mg/kg) = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

鹽酸溶性氧化鈣含量(%)＝鹽酸溶性鈣濃度(mg/kg)/10000×56/40

A：試樣液鈣濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鈣濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(十五)全氧化鎂(方法編號 AFS1150-1)

1.適用範圍：肥料中全氧化鎂含量之測定。

2.方法概要：樣品經王水（濃鹽酸及濃硝酸體積比 3：1）消解，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算全氧化鎂含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 錶玻璃。

3.4 高腳燒杯：150 mL。

3.5 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.6 分解管：100 mL。

3.7 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.8 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.9 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.10 分注器：10 mL。

3.11 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.12 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃鹽酸。

4.3 濃硝酸。

4.4 約 2 M 鹽酸溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1：5 混合。

4.5 背景液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 42 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，並以試劑水定量。

4.6 1000 mg/L 鎂標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.7 100 mg/L 鎂標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 鎂標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 2.000 g，置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐中或加熱板徐徐加熱，若激烈產生泡沫時，移離，放冷片刻，俟激烈反應終了，稍微移開分解管蓋或錶玻璃繼續加熱蒸發至幾近乾涸，待冷卻後，以 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸沿著內壁洗滌加入，重複加熱蒸發至幾近乾涸。加入約 2 M 鹽酸溶液 25 mL，稍為加熱使之溶解，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 100 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 100 mg/L 鎂標準液及 1.0、3.0、5.0 mL 1000 mg/L 鎂標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、1.0、3.0、5.0、10.0、30.0 及 50.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$\text{樣品全鎂濃度(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

全氧化鎂含量(%)＝全鎂濃度(mg/kg)/10000×40.3/24.3

A：試樣液鎂濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鎂濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(十六)水溶性氧化鎂(AFS1151-1)

1.適用範圍：肥料中水溶性氧化鎂含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取溶性氧化鎂，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算水溶性氧化鎂含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 三角瓶：250 mL。

3.4 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.5 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.6 分注器：10 mL。

3.7 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.8 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 背景液：試劑水。

4.3 1000 mg/L 鎂標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.4 100 mg/L 鎂標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 鎂標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 100 mL 試劑水，置於加熱板上煮沸 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 100 mg/L 鎂標準液及 1.0、3.0、5.0 mL 1000 mg/L 鎂標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、1.0、3.0、5.0、10.0、30.0 及 50.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$樣品水溶性鎂濃度(mg/kg) = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

水溶性氧化鎂含量(%)＝水溶性鎂濃度(mg/kg)/10000×40.3/24.3

A：試樣液鎂濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鎂濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(十七)檸檬酸溶性氧化鎂(方法編號 AFS1152-1)

1.適用範圍：肥料中檸檬酸溶性氧化鎂含量之測定。

2.方法概要：樣品以檸檬酸萃取溶性氧化鎂，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算檸檬酸溶性氧化鎂含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 恆溫水浴振盪機。

3.4 三角瓶：250 mL。

3.5 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.6 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.7 分注器：10 mL。

3.8 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.9 研缽。

3.10 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 檸檬酸溶液：正確稱取 100.0 g 試藥級檸檬酸，以少量試劑水溶解後，移入 1000 mL 定量瓶中，再以試劑水定量，另加 0.5 g 水楊酸可長期保存，使用時，以試劑水稀釋 5 倍。

4.3 背景液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確稱取 12 g 檸檬酸，以試劑水溶解後，加入定量瓶中，再以試劑水定量。

4.4 1000 mg/L 鎂標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.5 100 mg/L 鎂標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 鎂標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g，置於 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 檸檬酸溶液，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 100 mg/L 鎂標準液及 1.0、3.0、5.0 mL 1000 mg/L 鎂標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以

背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、1.0、3.0、5.0、10.0、30.0 及 50.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$樣品檸檬酸溶性鎂濃度(mg/kg)＝\frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

檸檬酸溶性氧化鎂含量(%)＝檸檬酸溶性鎂濃度(mg/kg)/10000×40.3/24.3

A：試樣液鎂濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鎂濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(十八)鹽酸溶性氧化鎂(方法編號 AFS1153-1)

1.適用範圍：肥料中鹽酸溶性氧化鎂含量之測定。

2.方法概要：樣品以鹽酸萃取溶性氧化鎂，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算鹽酸溶性氧化鎂含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 恆溫水浴振盪機。

3.4 三角瓶：250 mL。

3.5 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.6 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.7 分注器：10 mL。

3.8 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.9 研缽。

3.10 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 0.5 M 鹽酸溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 42 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.3 背景液：0.5 M 鹽酸溶液，同 4.2。

4.4 1000 mg/L 鎂標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.5 100 mg/L 鎂標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 鎂標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g，置於 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 0.5 M 鹽酸溶液，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 100 mg/L 鎂標準液及 1.0、3.0、5.0 mL 1000 mg/L 鎂標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、1.0、3.0、5.0、10.0、30.0 及 50.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$樣品鹽酸溶性鎂濃度(mg/kg) = \frac{(A - B) \times V \times 1000 \times f}{W \times 1000}$$

鹽酸溶性氧化鎂含量(%)＝鹽酸溶性鎂濃度(mg/kg)/10000×40.3/24.3

A：試樣液鎂濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鎂濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(十九)全錳(方法編號 AFS1160-1)

1.適用範圍：肥料中全錳含量之測定。

2.方法概要：樣品經王水（濃鹽酸及濃硝酸體積比 3：1）消解，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算全錳含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 錶玻璃。

3.4 高腳燒杯：150 mL。

3.5 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.6 分解管：100 mL。

3.7 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.8 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.9 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.10 分注器：10 mL。

3.11 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.12 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃鹽酸。

4.3 濃硝酸。

4.4 約 2 M 鹽酸溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1：5 混合。

4.5 背景液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 42 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，並以試劑水定量。

4.6 1000 mg/L 錳標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.7 100 mg/L 錳標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 錳標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 2.000 g，置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐中或加熱板徐徐加熱，若激烈產生泡沫時，移離，放冷片刻，俟激烈反應終了，稍微移開分解管蓋或錶玻璃繼續加熱蒸發至幾近乾涸，待冷卻後，以 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸沿著內壁洗滌加入，重複加熱蒸發至幾近乾涸。加入約 2 M 鹽酸溶液 25 mL，稍為加熱使之溶解，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 100 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 100 mg/L 錳標準液及 1.0、3.0、5.0 mL 1000 mg/L 錳標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、1.0、3.0、5.0、10.0、30.0 及 50.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$樣品全錳濃度(mg/kg)=\frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

全錳含量(%)＝全錳濃度(mg/kg)/10000

A：試樣液錳濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液錳濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(二十)水溶性錳(方法編號 AFS1161-1)

1.適用範圍：肥料中水溶性錳含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取溶性錳，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算水溶性錳含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 三角瓶：250 mL。

3.4 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.5 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.6 分注器：10 mL。

3.7 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.8 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 背景液：試劑水。

4.3 1000 mg/L 錳標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.4 100 mg/L 錳標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 錳標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 100 mL 試劑水，置於加熱板上煮沸 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗

滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 100 mg/L 錳標準液及 1.0、3.0、5.0 mL 1000 mg/L 錳標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、1.0、3.0、5.0、10.0、30.0 及 50.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$樣品水溶性錳濃度(mg/kg) = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

水溶性錳含量(%)＝水溶性錳濃度(mg/kg)/10000

A：試樣液錳濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液錳濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(二十一)檸檬酸溶性錳(方法編號 AFS1162-1)

1.適用範圍：肥料中檸檬酸溶性錳含量之測定。

2.方法概要：樣品以檸檬酸萃取溶性錳，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算檸檬酸溶性錳含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 恆溫水浴振盪機。

3.4 三角瓶：250 mL。

3.5 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.6 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.7 分注器：10 mL。

3.8 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.9 研缽。

3.10 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 檸檬酸溶液：正確稱取 100.0 g 試藥級檸檬酸，以少量試劑水溶解後，移入 1000 mL 定量瓶中，再以試劑水定量，另加 0.5 g 水楊酸可長期保存，使用時，以試劑水稀釋 5 倍。

4.3 背景液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確稱取 12 g 檸檬酸，以試劑水溶解後，加入定量瓶中，再以試劑水定量。

4.4 1000 mg/L 錳標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.5 100 mg/L 錳標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 錳標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g，置於 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 檸檬酸溶液，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 100 mg/L 錳標準液及 1.0、3.0、5.0 mL 1000 mg/L 錳標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、1.0、3.0、5.0、10.0、30.0 及 50.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$樣品檸檬酸溶性錳濃度(mg/kg)＝\frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

檸檬酸溶性錳含量(%)＝檸檬酸溶性錳濃度(mg/kg)/10000

A：試樣液錳濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液錳濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(二十二)全硼(方法編號 AFS1170-1)

1.適用範圍：肥料中全硼含量之測定。

2.方法概要：樣品經王水（濃鹽酸及濃硝酸體積比 3：1）消解，再以感應耦合電

漿原子發射光譜儀檢測，計算全硼含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 錶玻璃。

3.4 高腳燒杯：150 mL。

3.5 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.6 分解管：100 mL。

3.7 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.8 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.9 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.10 分注器：10 mL。

3.11 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.12 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃鹽酸。

4.3 濃硝酸。

4.4 約 2 M 鹽酸溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1：5 混合。

4.5 背景液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 42 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，並以試劑水定量。

4.6 1000 mg/L 硼標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.7 100 mg/L 硼標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 硼標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

4.8 10.0 mg/L 硼標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 100 mg/L 硼標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 10.0 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 2.000 g，置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐中或加熱板徐徐加熱，若激烈產生泡沫時，移離，放冷片刻，俟激烈反應終了，稍微移開分解管蓋或錶玻璃繼續加熱蒸發至幾近乾涸，待冷卻後，以 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸沿著內壁洗滌加入，重複加熱蒸發至幾近乾涸。加入約 2 M 鹽酸溶液 25 mL，稍為加熱使之溶解，冷卻至室溫，以

試劑水洗滌移入 100 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 10.0 mg/L 硼標準液及 1、3.0、5.0 mL 100 mg/L 硼標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、0.1、0.3、0.5、1.0、3.0 及 5.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$\text{樣品全硼濃度(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

全硼含量(%)＝全硼濃度(mg/kg)/10000

A：試樣液硼濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液硼濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(二十三)水溶性硼(方法編號 AFS1171-1)

1.適用範圍：肥料中水溶性硼含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取溶性硼，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算水溶性硼含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 三角瓶：250 mL。

3.4 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.5 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.6 分注器：10 mL。

3.7 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.8 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 背景液：試劑水。

4.3 1000 mg/L 硼標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.4 100 mg/L 硼標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 硼標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

4.5 10.0 mg/L 硼標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 100 mg/L 硼標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 10.0 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 100 mL 試劑水，置於加熱板上煮沸 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 10.0 mg/L 硼標準液及 1、3.0、5.0 mL 100 mg/L 硼標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、0.1、0.3、0.5、1.0、3.0 及 5.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$\text{樣品水溶性硼濃度(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

水溶性硼含量(%)＝水溶性硼濃度(mg/kg)/10000

A：試樣液硼濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液硼濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(二十四)檸檬酸溶性硼(方法編號 AFS1172-1)

1.適用範圍：肥料中檸檬酸溶性硼含量之測定。

2.方法概要：樣品以檸檬酸萃取溶性硼，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算檸檬酸溶性硼含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 恆溫水浴振盪機。

3.4 三角瓶：250 mL。

3.5 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.6 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.7 分注器：10 mL。

3.8 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.9 研缽。

3.10 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 檸檬酸溶液：正確稱取 100.0 g 試藥級檸檬酸，以少量試劑水溶解後，移入 1000 mL 定量瓶中，再以試劑水定量，另加 0.5 g 水楊酸可長期保存，使用時，以試劑水稀釋 5 倍。

4.3 背景液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確稱取 12 g 檸檬酸，以試劑水溶解後，加入定量瓶中，再以試劑水定量。

4.4 1000 mg/L 硼標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.5 100 mg/L 硼標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 硼標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

4.6 10.0 mg/L 硼標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 100 mg/L 硼標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 10.0 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g，置於 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 檸檬酸溶液，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0 mL 10.0 mg/L 硼標準液及 1、3.0、5.0 mL 100 mg/L 硼標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以背景液稀釋定量，其濃度分別為 0、0.1、0.3、0.5、1.0、3.0 及 5.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）測定濃度，

並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$樣品檸檬酸溶性硼濃度(mg/kg)= \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

檸檬酸溶性硼含量(%)=檸檬酸溶性硼濃度(mg/kg)/10000

A:試樣液硼濃度(mg/L)。

B:樣品空白溶液硼濃度(mg/L)

V:試樣液定量體積(mL)

f:稀釋倍數

W:稱取樣品重(g)

7.品質管制:同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(二十五)鹼度(方法編號 AFS1100-1)

1.適用範圍:肥料中鹼度之測定。

2.方法概要:鹼度以氧化鈣(CaO)計,係以鹽酸溶性氧化鈣及鹽酸溶性氧化鎂之合計量,換算成氧化鈣含量為鹼度。(CaO=Ca×1.3992=Mg×2.3073=MgO×l.3914)

3.檢驗方法:依照鹽酸溶性氧化鈣(方法編號 AFS1143-1)、鹽酸溶性氧化鎂(方法編號 AFS1153-1)。

(二十六)全氧化矽(方法編號 AFS1101-1)

1.適用範圍:肥料中全氧化矽含量之測定。

2.方法概要:樣品經加熱熔融後,加入鹽酸加熱消解,將沉澱乾燥稱重或利用感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測,計算全氧化矽含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平:解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀(ICP-AES)。

3.3 抽風櫃。

3.4 加熱板:具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.5 高溫爐:具自動控溫功能,可加熱至溫度 1200℃者。

3.6 烘箱。

3.7 硫酸乾燥器。

3.8 白金坩堝。

3.9 高腳燒杯:150 mL。

3.10 燒杯:500 mL。

3.11 定量瓶:500 mL。

3.12 吸量管:1 mL、5 mL、10 mL、20mL(球型及刻度吸管)。

3.13 分注器:10 mL。

3.14 量筒:50 mL。

3.15 濾紙:Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.16 研缽。

4.試劑:所有試劑如未另有說明,必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥,在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高,干擾物最少,使檢測結果的

準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硝酸。

4.3 濃硫酸。

4.4 氫氟酸(46%)。

4.5 鹽酸(1+1)溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1:1 混合。

4.6 鹽酸(1+4)溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1:4 混合。

4.7 鹽酸(1+10)溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1:10 混合。

4.8 硫酸(1+3)溶液：濃硫酸及試劑水以體積比 1:3 混合。

4.9 無水碳酸鈉(Na_2CO_3)助熔劑。

4.10 0.1N 硝酸銀溶液：稱取 1.7 g 硝酸銀溶於 100 mL 試劑水中，儲於棕色瓶。用於氯化物之定性檢定，毋須標定。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g，加入 5~10 g 無水碳酸鈉助熔劑，充分混合後，移置白金坩堝，移入高溫爐，初始以低溫加熱，再徐徐升高溫度至 950~1000℃，使坩堝內混合物完全熔融，持續 30 分鐘後停止加熱，取出迅速置入冷水中冷卻至室溫，以 80~90℃熱水溶解坩堝內熔融物，洗滌移入 500 mL 燒杯內，加入適量濃鹽酸調整溶液 pH 值至 1~2，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 500 mL 定量瓶中定量。

5.3 測定：

5.3.1 沉澱乾燥稱重法：

(1)正確量取適量之試樣液(以 Si 計約 150~250 mg)，置於 150 mL 高腳燒杯內，加入 10 mL 鹽酸(1+1)溶液，隔水加熱至蒸乾，重複加入鹽酸(1+1)溶液及隔水加熱至蒸乾 2 次後，移入烘箱，以 120℃烘乾 1 小時，冷卻至室溫，加入約 50 mL 鹽酸(1+4)溶液，保持於沸點附近加熱至完全溶解，趁熱以濾紙過濾，以 80-90℃熱鹽酸(1+10)溶液洗滌濾紙上沉澱物 2 次，再以 80~90℃熱水洗滌至無氯化物（0.1N 硝酸銀溶液定性檢定）反應為止，濾紙及沉澱物置入白金坩堝，經烘箱 120℃乾燥 2 小時後，移入高溫爐以 1200℃強熱 1 小時，再移入硫酸乾燥器中冷卻至室溫後，稱重(A)。

(2)加入數滴硫酸(1+3)溶液溼潤沉澱物，再加入 10 mL 氫氟酸(46%)，在抽風櫃中加熱使矽及硫酸揮發，重複操作 1 次後，移入高溫爐以 1200℃強熱 1 小時，再移入硫酸乾燥器中冷卻後，稱重(B)。

5.3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：依實驗室實際操作條件製作檢量線及測定。

6.結果處理

6.1 沉澱乾燥稱重法：

$$\text{樣品全氧化矽}(SiO_2)\text{含量}(\%) = \frac{(A-B)\times 100\times f}{W}$$

A：乾燥後之沉澱物重量(g)

B：去除氧化矽之沉澱物重量(g)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：依實驗室實際操作條件計算樣品全氧化矽(SiO_2)含量(%)。

7.品質管制：

7.1 沉澱乾燥稱重法：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

7.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(二十七)水溶性氧化矽(AFS1102-1)

1.適用範圍：肥料中水溶性氧化矽含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取水溶性氧化矽後，加入鹽酸加熱消解，將沉澱乾燥稱重或利用感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算水溶性氧化矽含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 抽風櫃。

3.4 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.5 高溫爐：具自動控溫功能，可加熱至溫度 1200℃者。

3.6 烘箱。

3.7 恆溫水浴振盪機。

3.8 硫酸乾燥器。

3.9 白金坩堝。

3.10 高腳燒杯：150 mL。

3.11 定量瓶：250 mL。

3.12 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.13 分注器：10 mL。

3.14 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.15 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硝酸。

4.3 濃硫酸。

4.4 氫氟酸(46%)。

4.5 鹽酸(1+1)溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1:1 混合。

4.6 鹽酸(1+4)溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1:4 混合。

4.7 鹽酸(1+10)溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1:10 混合。

4.8 硫酸(1+3)溶液：濃硫酸及試劑水以體積比 1:3 混合。

4.9 0.1N 硝酸銀溶液：稱取 1.7 g 硝酸銀溶於 100 mL 試劑水中，儲於棕色瓶。用於氯化物之定性檢定，毋須標定。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 定量瓶內，加入約 200 mL 試劑水，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴

振盪機振盪 30 分鐘，以試劑水定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 沉澱乾燥稱重法：

(1)正確量取適量之試樣液(以 Si 計約 150~250 mg)，置於 150 mL 高腳燒杯內，加入 10 mL 鹽酸(1+1)溶液，隔水加熱至蒸乾，重複加入鹽酸(1+1)溶液及隔水加熱至蒸乾 2 次後，移入烘箱，以 120℃烘乾 1 小時，冷卻至室溫，加入約 50 mL 鹽酸(1+4)溶液，保持於沸點附近加熱至完全溶解，趁熱以濾紙過濾，以 80-90℃熱鹽酸(1+10)溶液洗滌濾紙上沉澱物 2 次，再以 80~90℃熱水洗滌至無氯化物（0.1N 硝酸銀溶液定性檢定）反應為止，濾紙及沉澱物置入白金坩堝，經烘箱 120℃乾燥 2 小時後，移入高溫爐以 1200℃強熱 1 小時，再移入硫酸乾燥器中冷卻至室溫後，稱重(A)。

(2)加入數滴硫酸(1+3)溶液溼潤沉澱物，再加入 10 mL 氫氟酸(46%)，在抽風櫃中加熱使矽及硫酸揮發，重複操作 1 次後，移入高溫爐以 1200℃強熱 1 小時，再移入硫酸乾燥器中冷卻後，稱重(B)。

5.3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：依實驗室實際操作條件製作檢量線及測定。

6.結果處理

6.1 沉澱乾燥稱重法：

$$樣品水溶性氧化矽(SiO_2)含量(\%) = \frac{(A-B)\times 100\times f}{W}$$

A：乾燥後之沉澱物重量(g)

B：去除氧化矽之沉澱物重量(g)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：依實驗室實際操作條件計算樣品水溶性氧化矽(SiO_2)含量(%)。

7.品質管制：

7.1 沉澱乾燥稱重法：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

7.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(二十八)鹽酸溶性氧化矽(方法編號 AFS1103-1)

1.適用範圍：肥料中鹽酸溶氧化矽含量之測定。

2.方法概要：樣品以鹽酸萃取溶性氧化矽後，加入鹽酸加熱消解，將沉澱乾燥稱重或利用感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算鹽酸溶性氧化矽含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 抽風櫃。

3.4 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.5 高溫爐：具自動控溫功能，可加熱至溫度 1200℃者。

3.6 烘箱。

3.7 恆溫水浴振盪機。

3.8 硫酸乾燥器。

3.9 白金坩堝。
3.10 高腳燒杯：150 mL。
3.11 定量瓶：250 mL。
3.12 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。
3.13 分注器：10 mL。
3.14 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。
3.15 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。
4.2 濃硝酸。
4.3 濃硫酸。
4.4 氫氟酸(46%)。
4.5 鹽酸(1+1)溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1:1 混合。
4.6 鹽酸(1+4)溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1:4 混合。
4.7 鹽酸(1+10)溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1:10 混合。
4.8 0.5 N 鹽酸溶液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，以量筒量取 42 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。
4.9 硫酸(1+3)溶液：濃硫酸及試劑水以體積比 1:3 混合。
4.10 0.1N 硝酸銀溶液：稱取 1.7 g 硝酸銀溶於 100 mL 試劑水中，儲於棕色瓶。用於氯化物之定性檢定，毋須標定。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。
5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g，置於 250 mL 定量瓶內，加入 30℃之 150 mL0.5 N 鹽酸，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，以試劑水定量後，立即以濾紙過濾。
5.3 測定：

5.3.1 沉澱乾燥稱重法：

(1)正確量取適量之試樣液(以 Si 計約 150~250 mg)，置於 150 mL 高腳燒杯內，加入 10 mL 鹽酸(1+1)溶液，隔水加熱至蒸乾，重複加入鹽酸(1+1)溶液及隔水加熱至蒸乾 2 次後，移入烘箱，以 120℃烘乾 1 小時，冷卻至室溫，加入約 50 mL 鹽酸(1+4)溶液，保持於沸點附近加熱至完全溶解，趁熱以濾紙過濾，以 80-90℃熱鹽酸(1+10)溶液洗滌濾紙上沉澱物 2 次，再以 80~90℃熱水洗滌至無氯化物（0.1N 硝酸銀溶液定性檢定）反應為止，濾紙及沉澱物置入白金坩堝，經烘箱 120℃乾燥 2 小時後，移入高溫爐以 1200℃強熱 1 小時，再移入硫酸乾燥器中冷卻至室溫後，稱重(A)。

(2)加入數滴硫酸(1+3)溶液溼潤沉澱物，再加入 10 mL 氫氟酸(46%)，在抽風櫃中加熱使矽及硫酸揮發，重複操作 1 次後，移入高溫爐以 1200℃強熱 1 小時，再移入硫酸乾燥器中冷卻後，稱重(B)。

5.3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：依實驗室實際操作條件製作檢量線及測定。

6.結果處理

6.1 沉澱乾燥稱重法：

$$樣品鹽酸溶性氧化矽(SiO_2)含量(\%)= \frac{(A-B)\times 100\times f}{W}$$

A：乾燥後之沉澱物重量(g)

B：去除氧化矽之沉澱物重量(g)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：依實驗室實際操作條件計算樣品鹽酸溶性氧化矽(SiO_2)含量(%)。

7.品質管制：

7.1 沉澱乾燥稱重法：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

7.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(二十九)全硫(方法編號 AFS1104-1)

1.適用範圍：肥料中全硫含量之測定。

2.方法概要：樣品經王水（濃鹽酸及濃硝酸體積比 3：1）消解，與氯化鋇反應生成之硫酸鋇($BaSO_4$)或利用離子層析儀檢測，計算全硫含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 離子層析儀（Ion Chromatography）：注入閥、樣品迴路、保護管、陰離子層析管、抑制裝置及電導度偵測器及數據處理設備。

3.3 濾膜：孔徑 0.45 μm。

3.4 錶玻璃。

3.5 高腳燒杯：150 mL、500 mL。

3.6 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.7 分解管：100 mL。

3.8 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.9 定量瓶：50 mL、100 mL、1000 mL。

3.10 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.11 高溫分解爐：自動控溫，可維持溫度 850℃±20℃者。

3.12 坩堝。

3.13 量筒：100 mL。

3.14 滴管。

3.15 硫酸乾燥器。

3.16 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.17 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃鹽酸。

4.3 濃硝酸。

4.4 約 2 M 鹽酸溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1：5 混合。

4.5 0.5 N 鹽酸溶液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 42 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.6 氯化鋇溶液(10%)：正確稱取 10.0 g 試藥級氯化鋇($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)，以少量試劑水溶解後，移入 100 mL 定量瓶中，再以試劑水定量。

4.7 甲基紅指示劑:正確稱取 0.2 g 甲基紅,移入 100 mL 定量瓶中,再以乙醇(90%)定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 2.000 g，置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐中或加熱板徐徐加熱，若激烈產生泡沫時，移離，放冷片刻，俟激烈反應終了，稍微移開分解管蓋或錶玻璃繼續加熱蒸發至幾近乾涸，待冷卻後，以 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸沿著內壁洗滌加入，重複加熱蒸發至幾近乾涸。加入 25 mL 約 2 M 鹽酸溶液，稍為加熱使之溶解，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 100 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 硫酸鋇反應法：

(1)正確量取適量試樣液(以 SO_3 計 10~200 mg 為宜),置於 500 mL 高腳燒杯中，加入試劑水至約 300 mL，加入 1.0 mL 濃鹽酸，蓋上錶玻璃，加熱至沸騰。

(2)隨即以滴管徐徐加入溫熱(約 35℃)之氯化鋇溶液(10%),滴加至反應當量稍過量後，置於 80℃水浴上加熱 2 小時，放冷至室溫後，以濾紙過濾。

(3)以 80℃試劑水洗滌濾紙上沉澱物,將沉澱物與濾紙一併移入已知重量且經 850℃灼熱之坩堝中，移至高溫分解爐，先以 120℃乾燥，經 600℃灰化，最後以 850℃灼熱 2 小時，取出置於硫酸乾燥器內放冷至室溫後，正確稱出硫酸鋇($BaSO_4$)之重量。

5.3.2 離子層析儀法：依實驗室實際操作條件製作檢量線及測定。

6.結果處理

6.1 硫酸鋇反應法：

$$樣品全硫(S)含量(\%) = \frac{A \times 0.1374 \times V}{W \times 250} \times 100$$

A：硫酸鋇($BaSO_4$)之重量(g)

0.1374：硫酸鋇與全硫之轉換係數

W：稱取樣品重(g)

V：試樣液取樣體積(mL)

6.2 離子層析儀法：依實驗室實際操作條件計算樣品全硫含量(%)。

7.品質管制：

7.1 硫酸鋇反應法：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

7.2 離子層析儀法：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(三十)全鐵(方法編號 AFS1105-1)

1.適用範圍：肥料中全鐵含量之測定。

2.方法概要：樣品經王水（濃鹽酸及濃硝酸體積比 3：1）消解，利用感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算全鐵含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 錶玻璃。

3.4 高腳燒杯：150 mL。

3.5 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.6 分解管：100 mL。

3.7 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.8 定量瓶：50 mL、100 mL、1000 mL。

3.9 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.10 分注器：10 mL。

3.11 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.12 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃鹽酸。

4.3 濃硝酸。

4.4 約 2 M 鹽酸溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1：5 混合。

4.5 背景液：取適量試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 42 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.6 1000 mg/L 鐵標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.7 100 mg/L 鐵標準液：正確量取 10 mL 1000 mg/L 鐵標準液，加入已含少量試劑水的 1000 mL 定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 2.000 g，置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐中或加熱板徐徐加熱，若激烈產生泡沫時，移離，放冷片刻，俟激烈反應終了，稍微移開分解管蓋或錶玻璃繼續加熱蒸發至幾近乾涸，待冷卻後，以 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸沿著內壁洗滌加入，重複加熱蒸發至幾近乾涸。加入 25 mL 約 2 M 鹽酸溶液，稍為加熱使之溶解，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 100 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0、7.0 及 10.0 mL 1000 mg/L 鐵標準液，分別加入 6 個 100 mL 定量瓶中，以背景液定量，其濃度分別為 0、10.0、30.0、50.0、70.0 及 100.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$樣品全鐵濃度(mg/kg)＝\frac{(A－B)×V×1000×f}{W×1000}$$

全鐵含量(%)＝全鐵濃度(mg/kg)/10000

A：試樣液鐵濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鐵濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(三十一)水溶性鐵(方法編號 AFS1106-1)

1.適用範圍：肥料中水溶性鐵含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取水溶性鐵，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算水溶性鐵含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.4 三角瓶：250 mL，附瓶塞。

3.5 定量瓶：100 mL、250 mL。

3.6 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL（球型及刻度吸管）。

3.7 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.8 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硝酸。

4.3 濃硫酸。

4.4 18N 硫酸溶液：濃硫酸及試劑水以體積比 1:1 混合。

4.5 1000 mg/L 鐵標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 5 mL 18 N 硫酸溶液及 5 mL 濃硝酸，蓋上三角瓶塞，置於加熱板上加熱至白煙產生時，繼續加熱約 10 分鐘後，打開瓶塞並加入 100 mL 試劑水，再蓋上瓶塞煮沸 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0、7.0 及 10.0 mL 1000 mg/L 鐵標準液，分別加入 6 個 100 mL 定量瓶中，以試劑水定量，其濃度分別為 0、10.0、30.0、50.0、70.0 及 100.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空

白溶液進行測定。

6.結果處理

$$\text{樣品水溶性鐵濃度(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

水溶性鐵含量(%)＝水溶性鐵濃度(mg/kg)/10000

A：試樣液鐵濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鐵濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(三十二)水溶性亞鐵(方法編號 AFS1106-2)

1.適用範圍：肥料中水溶性亞鐵含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取水溶性亞鐵，酸性條件下，用重鉻酸鉀標準溶液進行氧化還原滴定之，計算水溶性亞鐵含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001 g。

3.2 量筒：100 mL。

3.3 數字型滴定器：50 mL，解析度為 0.01 mL 或更小。

3.4 三角瓶：250 mL。

3.5 定量瓶：100 mL、1000 mL。

3.6 吸量管：5 mL、10 mL（球型及刻度吸管）。

3.7 pH 測定儀：具氧化還原電極，附有溫度補償功能者。

3.8 燒杯：250 mL。

3.9 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硫酸。

4.3 濃磷酸。

4.4 6 N 硫酸：濃硫酸及試劑水以體積比 1:5 混合。

4.5 0.25 N 重鉻酸鉀標準溶液：正確稱取 12.259 g 重鉻酸鉀($K_2Cr_2O_7$)，以試劑水溶解，移入 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量。

4.6 0.1%二苯胺磺酸鹽指示劑：稱取 0.1 g 二苯胺磺酸鈉(Sodium Diphenylamine-4-sulfonic Acid，$C_{12}H_{10}NNaO_3S$)，以試劑水溶解，移入 100 mL 定量瓶中，以試劑水定量。

4.7 3 N 氯化鉀：正確稱取 223.65 g 氯化鉀(KCl)，以試劑水溶解，移入 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 5.000 g，置於 250 mL 燒杯中，以 75 mL 試劑水溶解，加入 3 mL 6 N 硫酸，移入 100 mL 定量瓶中，加入試劑水定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 正確量取適量試樣液(以 Fe 計約 150~250 mg)，置於 250 mL 三角瓶中，依次加入 15 mL 6 N 硫酸、100 mL 試劑水、7 mL 濃磷酸及 5 滴 0.1%二苯胺磺酸鹽指示劑。

5.3.2 以 0.25 N 重鉻酸鉀標準溶液滴定至呈紫色，或利用 pH 測定儀連接氧化還原電極，紀錄滴定量及電位，以電位滴定法找出滴定終點之滴定量。

5.3.3 直接由指示劑顏色變化讀出滴定終點之滴定量。

5.3.4 以電位滴定法分別畫出電位(E)-滴定量(V)曲線圖、一次微分(ΔE/ΔV)-滴定量(V)曲線圖及二次微分($\Delta^2E/\Delta V^2$)-滴定量(V)曲線圖。一次微分可得一呈現尖峰狀極大值線，尖峰所對應的 V 值即為滴定終點，用此方法作圖確定終點較為準確，但手續較繁，且峰尖是由實驗點之間的連線外推得到，所以也會引致一定的誤差。二次微分是一次微分曲線極大值的反曲點，即二次微分 $\Delta^2E/\Delta V^2=0$ 時的 V 值為滴定終點。

6.結果處理

$$樣品水溶性亞鐵濃度(mg/kg)=\frac{N\times V\times 1000\times 55.85\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

水溶性亞鐵含量(%)＝水溶性亞鐵濃度(mg/kg)/10000

N：重鉻酸鉀標準液當量濃度(0.25N, mol/L)

V：重鉻酸鉀標準液滴定量(mL)

55.85：鐵原子量(g/mol)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項：

8.1 電位滴定裝置：

8.1.1 氧化還原電極可以使用於任何 pH/mV 測定儀上。

8.1.2 因電位測定為相對變化值，故使用時無需標定，直接使用即可。只有對氧化還原電極的品質或測定絕對結果時，可配製氧化還原標準溶液測試其電位值，以判斷氧化還原電極的好壞。

8.2 電極保養：

8.2.1 隨時裝填或補充新鮮的電解液(通常為 3 N KCl)於電極內部。

8.2.2 電解液應儘量維持高滿，或至少需高於待測液面 5 公分以上，否則內部電解液有可能遭到樣本污染，而失去原有準確度。

8.3 使用維護：

8.3.1 不要用手去碰觸電極表面，表面上的油膜或刮痕會影響測值的準確度，手指上的油漬也會降低電極的感度。

8.3.2 電極使用前，徹底用水清洗，不可擦拭電極，會造成電極刮傷，應以無棉絮拭紙輕輕吸乾電極上水分。

(三十三)氰氮化鈣(方法編號 AFS1107-1)

1.適用範圍：肥料中氰氮化鈣含量之測定。

2.檢驗方法：參照中華民國國家標準 CNS 188 氰氮化鈣分析法。

(三十四)水溶性銅(方法編號 AFS1191-1)

1.適用範圍：肥料中水溶性銅含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取水溶性銅，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算水溶性銅含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.0001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.4 三角瓶：250 mL。

3.5 定量瓶：100 mL、250 mL、1000 mL。

3.6 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.7 分注器：10 mL。

3.8 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.9 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 1000 mg/L 銅標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.3 100 mg/L、10.0 mg/L 銅標準液：以銅標準液及試劑水稀釋定量配製。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 100 mL 試劑水，置於加熱板上煮沸 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、5.0 mL 10.0 mg/L 銅標準液及 2.0、4.0、8.0、16.0 mL 100 mg/L 銅標準液，分別加入 6 個 100 mL 定量瓶中，以試劑水定量，其濃度分別為 0、0.5、2.0、4.0、8.0 及 16.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$\text{樣品水溶性銅濃度(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

水溶性銅含量(%)＝水溶性銅濃度(mg/kg)/10000

A：試樣液銅濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液銅濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(三十五)水溶性鋅(方法編號 AFS1192-1)

1.適用範圍：肥料中水溶性鋅含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取水溶性鋅，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算水溶性鋅含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.0001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.4 三角瓶：250 mL。

3.5 定量瓶：100 mL、250 mL、1000 mL。

3.6 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.7 分注器：10 mL。

3.8 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.9 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 1000 mg/L 鋅標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.3 100 mg/L、10.0 mg/L 鋅標準液：以鋅標準液及試劑水稀釋定量配製。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 100 mL 試劑水，置於加熱板上煮沸 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、5.0 mL 10.0 mg/L 鋅標準液及 2.0、4.0、8.0、12.0 mL 100 mg/L 鋅標準液，分別加入 6 個 100 mL 定量瓶中，以試劑水定量，其濃度分別為 0、0.5、2.0、4.0、8.0 及 12.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$\text{樣品水溶性鋅濃度(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

水溶性鋅含量(%)＝水溶性鋅濃度(mg/kg)/10000

A：試樣液鋅濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鋅濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(三十六)水溶性鉬(方法編號 AFS1193-1)

1.適用範圍：肥料中水溶性鉬含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取水溶性鉬，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算水溶性鉬含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001 g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀(ICP-AES)。

3.3 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.4 三角瓶：250 mL，附瓶塞。

3.5 定量瓶：100 mL、250 mL。

3.6 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL（球型及刻度吸管）。

3.7 分注器：10 mL。

3.8 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.9 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硝酸。

4.3 濃硫酸。

4.4 18 N 硫酸：濃硫酸及試劑水以體積比 1:1 混合。

4.5 1000 mg/L 鉬標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.6 100 mg/L 鉬標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 鉬標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

4.7 10.0 mg/L 鉬標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 100 mg/L 鉬標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 10.0 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 5 mL 18 N 硫酸及 5 mL 濃硝酸，蓋上三角瓶塞，置於加熱板上加熱至白煙產生時，繼續加熱約 10 分鐘後，打開瓶塞並加入 100 mL 試劑水，再蓋上瓶塞煮沸 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0、7.0 及 10.0 mL 10.0 mg/L 鉬標準液，分別加入 6 個 100 mL 定量瓶中，以試劑水稀釋定量，其濃度分別為 0、0.1、0.3、0.5、0.7 及 1.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定其濃度。並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

樣品水溶性鉬濃度(mg/kg)＝ $\frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{}$

W×1000

水溶性鉬含量(%)＝水溶性鉬濃度(mg/kg)/10000

A：試樣液鉬濃度(mg/L)

B：空白溶液鉬濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(三十七)水溶性鈷(方法編號 AFS1194-1)

1.適用範圍：肥料中水溶性鈷含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取水溶性鈷，再以感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算水溶性鈷含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001 g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀(ICP-AES)。

3.3 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.4 三角瓶：250 mL，附瓶塞。

3.5 定量瓶：100 mL、250 mL。

3.6 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL（球型及刻度吸管）。

3.7 分注器：10 mL。

3.8 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.9 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硝酸。

4.3 濃硫酸。

4.4 18 N 硫酸：濃硫酸及試劑水以體積比 1:1 混合。

4.5 1000 mg/L 鈷標準液：市售之 ICP 分析級標準液。

4.6 100 mg/L 鈷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 鈷標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

4.7 10.0 mg/L 鈷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 100 mg/L 鈷標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 10.0 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 5 mL 18 N 硫酸及 5 mL 濃硝酸，蓋上三角瓶塞，置於加熱板上加熱至白煙產生時，繼續加熱約 10 分鐘後，打開瓶塞並加入 100 mL 試劑水，再蓋上瓶塞煮沸 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0、1.0、3.0、5.0、7.0 及 10.0 mL 100 mg/L 鈷標準液，分別加入 6 個 100 mL 定量瓶中，以試劑水稀釋定量，其濃度分別為 0、1.0、3.0、5.0、7.0 及 10.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製濃度與訊號強度之檢量線。

5.3.3 取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定其濃度。並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$樣品水溶性鈷濃度(mg/kg)=\frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

水溶性鈷含量(%)＝水溶性鈷濃度(mg/kg)/10000

A：試樣液鈷濃度(mg/L)

B：空白溶液鈷濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

化學肥料有害成分（不含登記有機質成分之肥料）

(一)砷(方法編號 AFS1290-1)

1.適用範圍：肥料中砷含量之測定（感應耦合電漿原子發射光譜儀法）。

2.方法概要：樣品以硫酸、硝酸、過氯酸消解，將樣品中之砷轉變成五價砷，再以碘化鈉試劑將其還原成砷化氫(AsH_3)後，導入氫化物產生器，使三價砷與硼氫化鈉進行氫化反應，生成砷化氫，再經由氬氣載送導入感應耦合電漿原子放射光譜分析儀，於 193.695 nm 波長處測定其吸光度，進行定量，計算砷含量。

3.儀器與設備

3.1 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.2 氫化物產生器。

3.3 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.4 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.5 蠕動幫浦：可調速度，輸送樣品、硼氫化鈉及標準液至氫化物產生器。

3.6 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20 mL、25 mL。

3.7 分析天平：解析度 0.001 g。

3.8 定量瓶：25 mL、50 mL、100 mL、200 mL、250 mL、500 mL、1000 mL。

3.9 錶玻璃。

3.10 高腳燒杯：150 mL。

3.11 分解管：100 mL。

3.12 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.13 分注器：50 mL、25 mL、10 mL。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硫酸。

4.3 濃硝酸。

4.4 濃過氯酸。

4.5 濃鹽酸。

4.6 10%碘化鈉溶液：正確稱取碘化鈉（NaI）10.0 g 溶於試劑水中，再定量至 100 mL。

4.7 1 M 氫氧化鈉溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 塑膠燒杯中，正確稱取氫氧化鈉（NaOH）40.0 g 邊攪拌邊倒入塑膠燒杯中，至完全溶解，待冷卻後，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.8 1%硼氫化鈉溶液：正確稱取硼氫化鈉（$NaHB_4$）1.0 g，溶解於 1 M 氫氧化鈉溶液，並配成 100 mL。每次使用前配製。

4.9 1000 mg/L 砷標準液：使用市售之 ICP 分析級標準液。

4.10 100 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

4.11 10.0 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 100 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 10.0 mg/L。

4.12 1.0 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 10.0 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 1.0 mg/L。

4.13 0.1 mg/L 砷標準溶：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1.0 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 1.0 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：

5.2.1 不含有機質之肥料

(1)正確稱取 2.000 g（液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 2.0 mL 濃硫酸、5.0 mL 濃硝酸及 20.0 mL 濃過氯酸後，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐或加熱板上（溫度為 120 至 150℃）。

(2)加熱蒸發至產生過氯酸之白煙並接近乾涸，放冷後加 30 mL 試劑水溶解，冷却至室溫，移到 50 mL 定量瓶中，以試劑水定量，以濾紙過濾。

5.2.2 含有機質之肥料

(1)正確稱取 2.000 g（液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 2.0 mL 濃硫酸、5.0 mL 濃硝酸及 20.0 mL 濃過氯酸後，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐或加熱板上（溫度為 120 至 150℃）。

(2)加熱蒸發至產生過氯酸之白煙並接近乾涸，再追加 2.0 mL 濃硝酸及 2.0 mL 濃過氯酸，繼續加熱數小時，蒸發至產生過氯酸之白煙，並接近乾涸，放冷後加 30 mL 試劑水溶解，冷却至室溫，移到 50 mL 定量瓶中，以試劑水定量，以濾紙過濾。

5.2.3 磷礦石

(1)正確稱取 2.000 g（液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 5.0 mL 濃硝酸及 20.0 mL 濃過氯酸後，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐或加熱板上（溫度為 120 至 150℃）。

(2)加熱蒸發至產生過氯酸之白煙並接近乾涸，放冷後加 30 mL 試劑水溶解，冷却至室溫，移到 50 mL 定量瓶中，以試劑水定量，以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 樣品溶液：正確量取 10.0 mL 試樣液，加入 25 mL 定量瓶中，再加入 5.5 mL 濃鹽酸及 0.5 mL 10%碘化鈉溶液，以試劑水定量，混勻靜置 1 小時。

5.3.2 檢量線製作：正確量取 0、2.5、5.0、7.5 mL 0.1 mg/L 砷標準液及 1.5、3.0、4.5 mL 1.0 mg/L 砷標準液，分別加入 7 個 50 mL 定量瓶中，再加入 11.0 mL 濃鹽酸及 1.0 mL 10%碘化鈉溶液後，以試劑水稀釋定量，濃度分別為 0、0.005、0.010、0.015、0.030、0.060 及 0.090 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.3 依儀器操作說明，使用感應耦合電漿原子放射光譜儀於波長 193.695 nm 處測定砷的吸光度，由檢量線求得砷濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$\text{樣品砷含量(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V_1\times V_2\times f}{W\times V_3}$$

A：試樣液砷濃度(mg/L)

B：樣品空白溶液砷濃度(mg/L)

V_1：5.2 試樣液定量體積(50 mL)

V_2：5.3.1 樣品溶液最終定量體積(25 mL)

V_3：5.3.1 正確量取試樣液體積(10 mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項

8.1 譜線重疊：發生的原因有兩種，其一是基質元素與待分析元素的測定波長相同，造成譜線完全重疊之干擾；其二是當干擾元素與待分析元素的波長相

近，且干擾元素濃度很高時，造成譜線變寬，而與待分析元素之譜線產生部分重疊的干擾。此類型之干擾，可以藉由選擇元素之其他測定波長、使用干擾校正係數或儀器廠商所開發之電腦自動譜線干擾解析軟體來進行校正。

8.2 背景效應：由於電漿中離子或原子間的連續放射或結合放射等原因，導致背景之飄移變化，以致對待分析元素的測定譜線造成干擾。一般可利用背景校正法來作校正。

8.3 阻塞干擾：在分析過程中，因樣品溶液所含有的高濃度鹽類或懸浮微粒，會逐漸阻塞燄炬內管或霧化器，造成干擾效應。此類干擾可將基質稀釋或使用耐高鹽類的霧化器配合內徑較大的注入內管來避免。

8.4 記憶效應干擾：樣品中待分析元素或基質，由於元素特性或濃度太高之原因，導致樣品殘留於管路中，而對於下一個樣品的分析造成干擾。為避免此類干擾的發生，在分析流程中須對管路進行清洗，並分析空白溶液，以確認管路中待測元素的殘留是否已被清洗乾淨。

(二)砷(方法編號 AFS1291-1)

1.適用範圍：肥料中砷含量之測定（原子吸收光譜分析儀）。

2.方法概要：樣品以硫酸、硝酸、過氯酸消解，將樣品中之砷轉變成五價砷，再以碘化鉀試劑將其還原成砷化氫(AsH_3)後，導入氫化物產生器，使三價砷與氫硼化鈉進行氫化反應，生成砷化氫，再經由氮氣載送導入原子吸收光譜分析儀，於 193.7 nm 波長處測定其吸光度，進行定量，計算砷含量。

3.儀器與設備

3.1 原子吸收光譜儀附有氫化物產生器之裝置。

3.2 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.3 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.4 蠕動幫浦：可調速度，輸送樣品、硼氫化鈉及標準液至氫化物產生器。

3.5 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20 mL、25 mL。

3.6 分析天平：解析度 0.001 g。

3.7 定量瓶：25 mL、50 mL、100 mL、200 mL、250 mL、500 mL、1000 mL。

3.8 錶玻璃。

3.9 高腳燒杯：150 mL。

3.10 分解管：100 mL。

3.11 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.12 分注器：50 mL、25 mL、10 mL。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硫酸。

4.3 濃硝酸。

4.4 濃過氯酸。

4.5 濃鹽酸。

4.6 10%碘化鉀溶液：正確稱取碘化鈉（KI）10.0 g 溶於試劑水中，再定量至 100 mL。

4.7 0.2 M 氫氧化鈉溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 塑膠燒杯中，正確稱取氫氧化鈉（NaOH）8.0 g 邊攪拌邊倒入塑膠燒杯中，至完全溶解，待冷卻後，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.8 0.1%硼氫化鈉溶液：正確稱取硼氫化鈉（$NaHB_4$）0.1 g，溶解於 0.2 M 氫氧化鈉溶液，並配成 100 mL。每次使用前配製。

4.9 5 M 鹽酸溶液：取約 60 mL 試劑水，加入 200 mL 定量瓶中，正確量取 83.3 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.10 1000 mg/L 砷標準液：使用市售之 ICP 分析級標準液。

4.11 100 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

4.12 10.0 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 100 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 10.0 mg/L。

4.13 1.0 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 10.0 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 1.0 mg/L。

4.14 0.1 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1.0 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 1.0 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：

5.2.1 不含有機質之肥料

(1)正確稱取 2.000 g（液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 2.0 mL 濃硫酸、5.0 mL 濃硝酸及 20.0 mL 濃過氯酸後，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐或加熱板上（溫度為 120 至 150℃）。

(2)加熱蒸發至產生過氯酸之白煙並接近乾涸，放冷後加 30 mL 試劑水溶解，冷卻至室溫，移到 50 mL 定量瓶中，以試劑水定量，以濾紙過濾。

5.2.2 含有機質之肥料

(1)正確稱取 2.000 g（液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管或 150 mL

高腳燒杯中，加入 2.0 mL 濃硫酸、5.0 mL 濃硝酸及 20.0 mL 濃過氯酸後，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐或加熱板上（溫度為 120 至 150℃）。

(2)加熱蒸發至產生過氯酸之白煙並接近乾涸，再追加 2.0 mL 濃硝酸及 2.0 mL 濃過氯酸，繼續加熱數小時，蒸發至產生過氯酸之白煙，並接近乾涸，放冷後加 30 mL 試劑水溶解，冷卻至室溫，移到 50 mL 定量瓶中，以試劑水定量，以濾紙過濾。

5.2.3 磷礦石

(1)正確稱取 2.000 g（液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 5.0 mL 濃硝酸及 20.0 mL 濃過氯酸後，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐或加熱板上（溫度為 120 至 150℃）。

(2)加熱蒸發至產生過氯酸之白煙並接近乾涸，放冷後加 30 mL 試劑水溶解，冷卻至室溫，移到 50 mL 定量瓶中，以試劑水定量，以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 樣品溶液：正確量取 2.0 mL 試樣液，加入 25 mL 定量瓶中，再加入 5.5 mL 濃鹽酸及 2.5 mL 10%碘化鉀溶液，以試劑水稀釋定量，混勻靜置 1 小時。

5.3.2 檢量線製作：正確量取 0、0.5、1.0、2.5、5.0、10.0 及 15.0 mL 0.1 mg/L 砷標準液，分別加入 7 個 50 mL 定量瓶中，再加入 11.0 mL 濃鹽酸及 5.0 mL 10%碘化鉀溶液後，以試劑水稀釋定量，濃度分別為 0、0.001、0.002、0.005、0.010、0.020 及 0.030 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.3 依儀器操作說明，使用原子吸收光譜分析儀於波長 193.7 nm 處測定砷的吸光度，由檢量線求得砷濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$樣品砷含量(mg/kg)= \frac{(A-B)\times V_1\times V_2\times f}{W\times V_3}$$

A：試樣液砷濃度(mg/L)

B：樣品空白溶液砷濃度(mg/L)

V_1：5.2 試樣液定量體積(50 mL)

V_2：5.3.1 樣品溶液最終定量體積(25 mL)

V_3：5.3.1 正確量取試樣液體積(2.0 mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(三)汞(方法編號 AFS1292-1)

1.適用範圍：肥料中汞含量之測定（熱分解汞齊原子吸收光譜法）。

2.方法概要：樣品置於可程式控制之分解爐（decomposition furnace）中，經乾燥及熱與化學分解，使汞從樣品中釋出，熱分解後之產物隨即被流動的空氣流載送到含金之汞齊器（amalgamator），其中汞即可被選擇性地捕集。此捕集系統續

經空氣流沖洗，去除殘留氣體或分解產物後，接著快速升溫，以使汞蒸氣釋出。攜帶汞蒸氣的空氣流最後通過單一波長原子吸收光譜儀光徑上之吸收槽，由 253.7 nm 波長之吸收值（波峰高度或面積）與汞標準量之函數關係，求得樣品中汞的濃度，計算汞含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.0001 g。

3.2 汞分析系統：樣品導入裝置包含裝載固體與液體樣品之載樣船形容器（Sample boat）。樣品經手動或自動方式被裝入樣品之船形容器後，即可被自動化的機械裝置導入分解管。分解管是由兩個獨立溫控加熱分解爐與觸媒爐組成，每個爐可以至少維持到 750℃的能力。光譜箱以汞燈作為光源，偵測器連接到電腦取得資料並作分析。

3.3 汞齊器：系統由具有高表面積對體積比值之含金顆粒組成，目的是用來吸收汞蒸氣。

3.4 載樣船形容器：不會汞齊化且熱穩定性之陶瓷容器，可用來裝載傳送樣品作為熱分解用。

3.5 微量移液管：解析度 0.2 μL。

3.6 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硝酸。

4.3 1000 mg/L 汞標準液：正確稱取 0.1354 g 氯化汞，溶於 75 mL 試劑水，加 10 mL 濃硝酸，再以試劑水定量至 100 mL（1.0 mL＝1.0 mg Hg）。亦可使用市售之 1000 mg/L 汞標準液。

4.4 100 mg/L 汞標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 1000 mg/L 汞標準液 10.0 mL，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

4.5 10.0 mg/L 汞標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 100 mg/L 汞標準液 10.0 mL，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 10.0 mg/L。

4.6 1.0 mg/L 汞標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取汞 10.0 mg/L 標準液 10.0 mL，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 1.0 mg/L。

4.7 參考標準樣品：經確認汞含量之固體參考物質可作為檢量線校正用，代替汞標準液。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 測定

5.2.1 檢量線製作：正確量取 0、20、40、60、80 及 100 µL 1.0 mg/L 汞標準液，置於 6 個載樣船形容器中，分別含 0、20、40、60、80 及 100 ng 汞。

5.2.2 依照汞分析儀器之使用手冊操作，正確稱取 5.1 已均質化固體樣品 0.0500～0.2000 g（液態者直接稱取），放入樣品船形容器。依據樣品的重量、水分含量及有機物的含量設定溫度及時間參數。

6.結果處理

$$\text{樣品汞含量(mg/kg)} = \frac{(A-B)}{W}$$

A：樣品汞重量(ng)

B：樣品空白汞重量(ng)

W：稱取樣品重(mg)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項

8.1 本方法在汞污染的環境中操作，儀器的背景值會明顯的增加。

8.2 當分析一個高濃度樣品（≧400 ng）後，再分析低濃度樣品（≦25 ng）時，可能會發生記憶效應。降低記憶效應之作法，為在分析含有高、低濃度之批次樣品時，先分析低濃度之樣品。如果無法做到把批次之樣品高低濃度分開，必須在分析高濃度樣品後，進行空白分析，且加長流洗時間，以減少記憶效應。

(四)鎘、鉻、銅、鎳、鉛、鋅、鈦(方法編號 AFS1293~9-1)

1.適用範圍：肥料中重金屬鎘、鉻、銅、鎳、鉛、鋅、鈦含量之測定。

2.方法概要：樣品經王水（濃鹽酸及濃硝酸體積比 3：1）消解，利用感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算重金屬鎘、鉻、銅、鎳、鉛、鋅、鈦含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.3 錶玻璃。

3.4 高腳燒杯：150 mL。

3.5 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.6 分解管：100 mL。

3.7 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.8 恆溫水浴振盪機。

3.9 三角瓶：250 mL。

3.10 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.11 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.12 分注器：10 mL。

3.13 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.14 研缽。

3.15 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃鹽酸。

4.3 濃硝酸。

4.4 約 2 M 鹽酸溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1：5 混合。

4.5 鎘、鉻、銅、鎳、鉛、鋅、鈦等 7 項重金屬 1000 mg/L 標準液：使用市售之 ICP 分析級標準液。

4.6 鎘、鉻、銅、鎳、鉛、鋅、鈦等 7 項重金屬 100 mg/L 標準液：取適量試劑水，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 重金屬 1000 mg/L 標準液，加入 7 個定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

4.7 鎘、鉻、銅、鎳、鉛、鋅、鈦等 7 項重金屬 10.0 mg/L 標準液：取適量試劑水，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 重金屬 100 mg/L 標準液，加入 7 個定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 10.0 mg/L。

4.8 鎘、鉻、銅、鎳、鉛、鋅、鈦等 7 項重金屬 1.0 mg/L 標準液：取適量試劑水，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 重金屬 10.0 mg/L 標準液，加入 7 個定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 1.0 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 2.000 g（液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐中或加熱板徐徐加熱，若激烈產生泡沫時，移離，放冷片刻，俟激烈反應終了，稍微移開分解管蓋或錶玻璃繼續加熱蒸發至幾近乾涸，待冷卻後，以 l5 mL 濃鹽酸及 5 mL 濃硝酸沿著內壁洗滌加入，重複加熱蒸發至幾近乾涸。加入約 2 M 鹽酸溶液 25 mL，稍為加熱使之溶解，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 100 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定

5.3.1 檢量線製作：正確量取適量體積重金屬標準液，加入定量瓶中，添加適當種類及體積酸液，使檢量線標準液與消化樣品之基質相近，以配製各重金屬檢量線標準液。附表列出檢量線製作範例供參考，亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製各重金屬濃度與訊號強度之檢量線。再進行試樣液及樣品空白溶液之測定。

附表、6 個 100 mL 定量瓶中各重金屬標準液取用濃度、量取體積及其最終濃度

元素	檢量線	空白	第一點	第二點	第三點	第四點	第五點
鎘	最終濃度(mg/L)	0	0.02	0.05	0.1	0.5	1
	取用濃度	0	1.0 mg/L			10.0 mg/L	
	量取體積	0	2 mL	5 mL	10 mL	5 mL	10 mL
鉻	最終濃度(mg/L)	0	0.5	1	2	3	4
	取用濃度	0	10.0 mg/L		100 mg/L		
	量取體積	0	5 mL	10 mL	2 mL	3 mL	4 mL
銅	最終濃度(mg/L)	0	0.5	2	4	8	16
	取用濃度	0	10.0 mg/L	100 mg/L			
	量取體積	0	5 mL	2 mL	4 mL	8 mL	16 mL
鎳	最終濃度(mg/L)	0	0.5	2	4	8	10
	取用濃度	0	10.0 mg/L	100 mg/L			
	量取體積	0	5 mL	2 mL	4 mL	8 mL	10 mL
鉛	最終濃度(mg/L)	0	0.5	2	4	8	16
	取用濃度	0	10.0 mg/L	100 mg/L			
	量取體積	0	5 mL	2 mL	4 mL	8 mL	16 mL
鋅	最終濃度(mg/L)	0	0.5	2	4	8	12
	取用濃度	0	10.0 mg/L	100 mg/L			
	量取體積	0	5 mL	2 mL	4 mL	8 mL	12 mL
鈦	最終濃度(mg/L)	0	0.5	2	4	8	16
	取用濃度	0	10.0 mg/L	100 mg/L			
	量取體積	0	5 mL	2 mL	4 mL	8 mL	16 mL
在各定量瓶中皆加入 4.2 mL 濃鹽酸，以試劑水定量至 100 mL							

6.結果處理

$$\text{樣品各重金屬含量(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

A：試樣液各重金屬濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液各重金屬濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項

8.1 使用感應耦合電漿光譜儀進行樣品分析時，其分析結果常會受到許多干擾因素的影響，而導致誤差的產生。常見的干擾可分為兩類，分別為光譜性干擾及非光譜性干擾，其發生原因及解決方式請參考 ICP 操作手冊。

8.2 製作檢量線標準液時，應再添加適當種類和體積的酸液，以使該校正標準液與消化樣品之基質相近。可參見環保署公告之「感應耦合電漿原子發射光譜法(NIEA M104.01C)」。

8.3 檢量線的濃度範圍應力求適當，亦即其最高濃度不得超過檢量線性的上限濃度值。另亦需利用適當的品質管制樣品，來檢查所建立檢量線是否仍然適用。

8.4 將所配製之檢量線標準液倒入鐵氟龍、聚乙烯或聚丙烯材質製的瓶子中儲存。特別對低濃度者（＜1 mg/L），使用前必須確認其穩定狀態。當標準液保存超過有效期限，其濃度可能發生改變，此時必須重新予以配製。

(五)硫氰酸(方法編號 AFS1201-1)

1.適用範圍：肥料中硫氰酸含量之測定。

2.方法概要：以飽和鐵(Ⅱ)氰化鉀為指示劑，用硫酸銅滴定硫氰酸，根據消耗硫酸銅標準溶液體積，計算硫氰酸含量。

3.儀器與設備

3.1 天平：解析度 0.0001 g。

3.2 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.3 定量瓶：50 mL、200 mL、1000 mL。

3.4 錶玻璃。

3.5 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.6 滴定裝置，解析度 0.05 mL。

3.7 燒杯：200 mL。

3.8 三角瓶：125 mL。

3.9 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 亞硫酸氫鈉（$NaHSO_3$）。

4.3 飽和鐵(Ⅱ)氰化鉀（Potassium Ferrocyanide, $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$）溶液。

4.4 鐵(Ⅱ)氰化鉀試紙：將濾紙片浸於飽和鐵(Ⅱ)氰化鉀溶液中，浸濕後取出風乾。

4.5 0.025M 硫酸銅標準液：正確稱取硫酸銅（$CuSO_4 \cdot 5H_2O$）6.2422 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量。亦可使用市售之硫酸銅標準液稀釋備用。亦可依實驗室實際操作條件調整標準液濃度。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 5.000 g（液態者直接稱取），置於 200 mL 燒杯中，加入約 100 mL 試劑水攪拌溶解，蓋上錶玻璃，置於加熱板徐徐加熱至剛煮沸時，加入約 0.05 g 亞硫酸氫鈉反應 10 分鐘，待冷卻後，以試劑水洗滌移入 200 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：正確量取試樣液 50 mL 置於 125 mL 三角瓶內，以硫酸銅標準液溶滴定之，滴定至取一滴溶液滴於鐵(Ⅱ)氰化鉀試紙上，能呈褐色為終點。

6.結果處理

$$樣品硫氰酸（以 HSCN 計）含量(\%) = \frac{C \times V_1 \times 59.09}{W \times 1000} \times \frac{V_2}{V_3} \times 100$$

C：硫酸銅標準溶液濃度(M)

V_1：硫酸銅標準溶液滴定體積(mL)

V_2：試樣液定量體積(mL)

V_3：量取試樣液體積(mL)

W：稱取樣品重(g)

59.09：HSCN 的分子量

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

(六)氨基磺酸(方法編號 AFS1202-1)

1.適用範圍：肥料中氨(胺)基磺酸含量之測定。

2.方法概要：亞硝酸鈉法（Sodium Nitrite Method）測定，計算氨基磺酸含量。

3.儀器與設備

3.1 天平：解析度 0.0001 g。

3.2 硫酸乾燥器。

3.3 加熱器：可設定溫度至 120℃者。

3.4 定量瓶：1000 mL。

3.5 燒杯：250 mL、500 mL。

3.6 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.7 滴定裝置，解析度 0.05 mL。

3.8 水浴裝置。

3.9 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 碘化鉀澱粉溶液指示劑：稱取可溶性澱粉 2 g，以少量試劑水拌成糊狀，加入煮沸試劑水約 400 mL 攪拌溶解，冷卻後，加入碘化鉀 l g （先以少量水溶解），再以試劑水稀釋成約 500 mL，過濾或靜置後取上澄液使用。

4.3 亞硝酸鈉標準溶液：正確稱取亞硝酸鈉（$NaNO_2$）6.90 g，以試劑水溶解配成 1000 mL，此溶液濃度約為 0.1 M，其標定方法：以氨基磺酸（NH_2SO_3H）（已在減壓硫酸乾燥器中乾燥約 48 小時）配製 0.1 M 氨基磺酸標準溶液，正確量取 25 mL 置於 500 mL 燒杯內，加入硫酸(1+1)溶液約 6 mL，再加入試劑水使液體量約為 300 mL。加熱至 40～50℃，以碘化鉀澱粉溶液為外指示劑。持續攪拌並以亞硝酸鈉溶液徐徐滴定，接近終點時，以每分鐘 1 滴之速率滴加，至溶液 1 滴能使指示劑變藍色為終點。亦可使用市售之亞硝酸鈉標準液稀釋備用。

4.4 硫酸(1+1)溶液：濃硫酸及試劑水以體積比 1：1 混合。

4.5 氫氧化鈉。

4.6 德瓦達（Devarda）合金：貯存於緊蓋之瓶中。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：

5.2.1 硫酸銨：正確稱取 20.00 g（以含 NH_2SO_3H 計 10～100 mg），置於 250 mL 燒杯中，加入約 100 mL 試劑水攪拌溶解，將氫氧化鈉 15 g 分數次加入，攪拌溶解後，再將德瓦達合金 3 g 分 3 次加入，待激烈反應終了，放在 60℃水浴上加熱 1 小時。待冷卻後，以硫酸(1+1)溶液中和至金屬氫氧化物之混濁現象變成澄清懸浮液，過濾，以 40～50℃試劑水洗滌至濾液約 250 mL。

5.2.2 複合肥料：正確稱取 20.00 g（液態者直接稱取）（以含 NH_2SO_3H 計 10～100 mg），置於 250 mL 燒杯中，加入 40～50℃試劑水 50 mL 攪拌使儘量溶解後過濾，以 40～50℃試劑水洗滌至濾液約 150 mL。將氫氧化鈉 15 g 分數次加入此濾液中，攪拌溶解後，再將德瓦達（Devarda）合金 7 g（樣品不含硝酸鹽時約 3 g）分 3 次加入，待激烈反應終了，放在 60℃水浴上加熱 1 小時。待冷卻後，以硫酸(1+1)溶液中和至金屬氫氧化物之混濁現象變成澄清懸浮液，過濾，以 40～50℃試劑水洗滌至濾液約 250 mL。若樣品含有尿素時，在加入德瓦達（Devarda）合金處理後，須再加入氫氧化鈉 20 g 使溶液呈強鹼性，煮沸、濃縮，並在 120℃左右之溫度下，保持液量 20～30 mL 繼續加熱 1～2 小時將尿素分解。

5.3 測定：硫酸(1+1)溶液 6 mL 加入試樣液中，再加入 40～50℃試劑水補足液體量約為 300 mL，加熱至 40～50℃，加入碘化鉀澱粉溶液為外指示劑，以亞硝酸鈉標準溶液滴定之，其滴定操作依亞硝酸鈉標準溶液標定方法。

6.結果處理

$$樣品氨基磺酸含量(\%) = \frac{V \times 9.809}{W \times 1000} \times 100$$

V：亞硝酸鈉滴定體積(mL)

W：稱取樣品重(g)

0.l M 亞硝酸鈉標準溶液 1 mL=9.709 mg 氨基磺酸

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項

8.1 試樣液製備時，因銨鹽與所加入之氫氧化鈉反應產生氨氣（(NH_3）揮發會消耗部份氫氧化鈉量，故為使加入德瓦達（Devarda）合金處理時能完全反應，其所加入氫氧化鈉量必須多於樣品所含銨鹽當量。

8.2 若試樣液中有過氧化物、鐵(Ⅲ)鹽等存在時，會使碘化鉀澱粉指示劑變藍色而影響滴定結果正確性，則改用革力士試劑（Griess Reagent）為外指示劑。革力士試劑之配製方法：稱取對胺苯磺酸（Sulfanilic acid=$HSO_3C_6H_4 \cdot NH_2$）0.5 g 以 15%醋酸 150 mL 溶解為溶液 a。另稱取 1-萘胺（α-Naphthylamine，$C_{10}H_7NH_2$）0.2 g 加水約 20 mL 煮沸溶解並過濾，將此濾液加入 150 mL 15%醋酸內為溶液 b。混合溶液 a 及 b 即為革力士試劑，貯存於褐色瓶中。

(七)二縮脲態氮(方法編號 AFS1203-1)

1.適用範圍：肥料中二縮脲態氮之測定。

2.方法概要：二縮脲在硫酸銅的鹼性溶液中生成紫紅色錯合物，在波長 540 nm 處測其吸光度，計算二縮脲態氮含量。

3.儀器與設備

3.1 天平：解析度 0.0001 g。

3.2 分光光度計。

3.3 離心機。

3.4 索司勒萃取器（Soxhlet extractor）。

3.5 水浴加熱器。

3.6 圓筒濾紙。

3.7 定量瓶：100 mL、1000 mL。

3.8 烘箱：可準確至 75℃±1℃

3.9 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 二縮脲標準溶液：正確稱取經 110℃乾燥至恆重之二縮脲（$(CO·NH_2)_2NH$）0.9812 g 溶解於少量試劑水中，並正確配成 100 mL，此溶液以二縮脲態氮計，濃度為 4.0 mg/mL。亦可使用市售之二縮脲標準液稀釋備用。

4.3 硫酸銅溶液：稱取硫酸銅（$CuSO_4·5H_2O$）15 g 溶解於試劑水，定量至 1000 mL，必要時過濾後使用。

4.4 氫氧化鈉溶液：稱取氫氧化鈉（NaOH）40 g 溶解於試劑水，定量至 1000 mL。

4.5 硫酸鋁溶液：稱取硫酸鋁（$Al_2(SO_4)_3·18H_2O$）2 g 溶解於試劑水，定量至 100 mL。

4.6 碳酸鈣。

4.7 丙酮。

4.8 活性碳。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：

5.2.1 尿素：正確稱取 10.00 g（以含二縮脲態氮計 20～60 mg）置於 100 mL 定量瓶內，加入約 50 mL 試劑水溶解，加入 20.0 mL 硫酸銅溶液，搖勻，以試劑水定量。

5.2.2 複合肥料：正確稱取 10.00 g（液態者直接稱取）（以含二縮脲態氮計 20～60 mg），置於圓筒濾紙中，加入碳酸鈣 2 g，混合均勻，在 75℃±1℃溫度下乾燥 4 小時，除去水分及中和游離酸後，使用索司勒萃取器，用丙酮萃取至將所含之二縮脲完全浸出。蒸發萃取液除去丙酮後，殘留物加試劑水使之溶解。溶液若有顏色或混濁時，加入適量活性碳脫色或除濁後濾清，用試劑水洗滌移入 100 mL 定量瓶中，加入硫酸銅溶液 20.0 mL，搖勻，以試劑水定量。（備註：若樣品含有大量氨或碳酸銨時，則必須預先將樣品置於燒杯內，加數滴水潤濕之，在水浴上加熱蒸發，以除去可揮發物。）

5.2.3 空白樣品：除不添加樣品外，執行完整之試樣液製備過程。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：正確量取 0.0、2.5、5.0、10.0、15.0、25.0 mL 二縮脲標準溶液，分別置於 6 個 100 mL 定量瓶中，加入適量試劑水，依次加入氫氧化鈉溶液 20.0 mL 及硫酸銅溶液 20.0 mL，搖勻，以試劑水定量，其濃度分別為 0、100、200、400、600 及 1000 mg/L。亦可依實驗室實際操

作條件調整。

5.3.2 檢量液、試樣液放置約 30 分鐘後，以 2000 rpm 離心 5 分鐘分離沉澱，取上澄液在波長 540 nm 測定其吸光度，製作二縮脲標準檢量曲線、測定試樣液及樣品空白溶液濃度。

6.結果處理

$$樣品二縮脲態氮含量(\%)＝\frac{(A－B)\times 100/1000\times f}{W\times 1000}\times 100$$

A：試樣液二縮脲態氮濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液二縮脲態氮濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項

8.1 二縮脲之萃取浸出通常至少必須迴流 20 次以上。

8.2 脫色方法以使用活性碳或過氧化氫溶液脫色。即加入約 0.05g 活性碳攪拌混合後過濾，或加入 30%H_2O_2 液 1～2 mL 蒸發乾涸。

8.3 除濁方法以加入硫酸鋁溶液 0.2～0.3 mL 用稀氫氧化鈉溶液中和後過濾。

8.4 若含大量油脂原料之試樣，上述之丙酮萃取液中溶有油脂會妨礙以後之各操作過程，即必須在蒸發除去丙酮後加入乙醚將油脂溶解（二縮脲不溶於乙醚）以傾析力法除去油脂。

8.5 若含有硝酸銨之試樣，冷卻丙酮萃取液將析出之固形物過濾，用丙酮洗滌濾紙上之固形物數次，至濾液量約 150 mL。將此濾液蒸發除去丙酮後，以下依本文方法製備試樣液。但此試樣液僅適用於硫酸銅法，而不適用於銅錯鹽法。

8.6 對於含有農業化學藥品會干擾發色之試樣，尿素試樣直接以水約 50 mL 溶解；含尿素複合肥料之試樣，將其丙酮萃取液蒸發除去丙酮後以水 50 mL 溶解。將此溶液加入鹽酸(1+2)3 mL 及苯 20～30 mL 萃取除去苯可溶物（但有水不溶物時單獨過濾，以水洗滌即可）。將分離水層收集於 100 mL 定量瓶中，加入約 0.05 g 活性碳脫色，並加水至標線用乾燥濾紙過濾。正確量取濾液 50 mL 置於 100 mL 定量瓶中，以氫氧化鈉溶液中和後作為試樣液。

(八)亞硝酸(方法編號 AFS1204-1)

1.適用範圍：肥料中亞硝酸含量之測定。

2.方法概要：磺胺-萘基伸乙二胺法（Sulfanilamide-Naphthylethylenediamine Method）測定，計算亞硝酸含量。

3.儀器與設備

3.1 天平：解析度 0.0001 g。

3.2 分光光度計。

3.3 迴轉振盪機。

3.4 加熱器。

3.5 滴定裝置，解析度 0.05 mL。

3.6 定量瓶：50 mL、100 mL、1000 mL。

3.7 三角瓶：250 mL。

3.8 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 亞硝酸鈉標準溶液：正確稱取亞硝酸鈉（$NaNO_2$）0.74 g，溶解於試劑水中，定量至 1000 mL，作為亞硝酸鈉標準儲備溶液，標定其濃度後，貯藏於冷暗處。其標定方法：將標準溶液加入滴定管中，另正確量取 5 mL 0.1 N 高錳酸鉀標準溶液置於燒杯內，加入試劑水 70 mL 及 15 mL 硫酸(1+5)溶液，加熱至 40℃，將滴定管滴口尖端浸入此液面下，邊攪拌邊以亞硝酸鈉標準溶液滴定之。滴定至顏色消失為終點（接近終點時緩慢滴定），求出亞硝酸鈉濃度。（0.1 N 高錳酸鉀溶液 1 mL 相當於 2.351 mg 亞硝酸（HNO_2）之量）。使用時量取一定量之標準溶液，用試劑水正確稀釋成 50～500 倍數階段之標準溶液（此液含 HNO_2 量 10～100 μg/mL）。亦可使用市售之亞硝酸鈉標準液稀釋備用。

4.3 高錳酸鉀標準溶液：使用市售之高錳酸鉀標準液，以試劑水稀釋為約 0.1 N 高錳酸鉀溶液，貯藏於褐色瓶中。

4.4 磺胺（對胺苯磺醯胺，Sulfanilamide）溶液：稱取 0.2 g 磺胺（$NH_2{\cdot}SO_2C_6H_4{\cdot}NH_2$）溶解於溫水中，冷卻後，以試劑水定量至 100 mL。

4.5 1-萘基伸乙二胺（1-Naphthylethylenediamine dihydrochloride）溶液：稱取 0.1 g 1-萘基伸乙二胺（$C_{10}H_7{\cdot}NH{\cdot}(CH_2)_2$ 2HCl）溶解於試劑水，定量至 100 mL，貯藏於褐色瓶中。

4.6 硫酸鋁溶液：稱取硫酸鋁（$Al_2(SO_4)_3{\cdot}18H_2O$）3 g 溶解於試劑水，定量至 1000 mL。

4.7 氫氧化鈣。

4.8 活性碳。

4.9 鹽酸(1+1)溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1：1 混合。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 1.000 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，正確加入 200 mL 硫酸鋁溶液，以每分鐘迴轉 30～40 次之振盪機振盪 20 分鐘後，加入 1 g 氫氧化鈣，繼續振盪 10 分鐘後，以濾紙過濾。若濾液帶有顏色時，加入少量活性碳脫色，再以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 檢量線製作：取標定後亞硝酸鈉儲準溶液稀釋 500 倍後，再正確量取亞硝酸鈉標準溶液 0.0、2.0、4.0、5.0、10.0、20.0 mL 分別置於 6 個 50 mL 定量瓶中，加入試劑水至約 10 mL，加入 1 mL 鹽酸(1+1)溶液及 5 mL 磺胺溶液混合之，放置 5 分鐘，加入 1 mL 1-萘基伸乙二胺溶液，放置 10 分鐘後，以試劑水定量，此系列標準溶液之亞硝酸(HNO_2)濃度理論值分別為 0.000、0.118、0.235、0.294、0.588、1.176 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。在波長 530 nm 測定其吸光度，製作亞硝酸標準檢量曲線。

5.3.2 試樣液製成後，立即正確量取 5 mL（以含 HNO_2 計 1~50 μg）置於 50 mL 定量瓶內，加入 1 mL 鹽酸(1+1)溶液及 5 mL 磺胺溶液混合之，放置 5 分鐘，加入 1 mL 1-萘基伸乙二胺溶液，放置 10 分鐘後，以試劑水定量，

同時做空白試驗，在波長 530 nm 測定其吸光度。

6.結果處理

$$樣品亞硝酸含量(\%)=\frac{(A-B)\times f}{W\times 1000}\times 100$$

A：試樣液亞硝酸濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液亞硝酸濃度(mg/L)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

(九)游離硫酸(方法編號 AFS1205-1)

1.適用範圍：肥料中游離硫酸含量之測定。

2.方法概要：用氫氧化鈉滴定游離硫酸，根據消耗氫氧化鈉標準溶液體積，計算游離硫酸含量。

3.儀器與設備

3.1 天平：解析度 0.0001 g。

3.2 鹼式滴定裝置，解析度 0.05 mL。

3.3 往復式振盪機。

3.4 定量瓶：250 mL。

3.5 三角瓶：250 mL。

3.6 濾紙：Whatman No. 42 或同等級之濾紙。

3.7 研缽。

3.8 塑膠燒杯：1000 mL。

3.9 塑膠定量瓶：1000 mL。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 硫酸標準液：使用市售之硫酸標準液稀釋備用。

4.3 氫氧化鈉標準液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 塑膠燒杯中，稱取氫氧化鈉（NaOH）0.4000～8.000 g 邊攪拌邊倒入塑膠燒杯中，至完全溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量，使用前以 0.01 M～0.2 M 硫酸標準溶液標定其濃度。亦可使用市售之氫氧化鈉標準液稀釋備用，依實驗室實際操作條件調整氫氧化鈉標準液濃度。

4.4 甲基紅（methyl red）指示劑（2 g/L）：正確稱取甲基紅 0.200 g，以 95%酒精溶解，以試劑水配成 100 mL，必要時過濾後使用。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 12.50 g，置於 250 mL 三角瓶內，加入約 200 mL 試劑水，以每分鐘迴轉 30～40 次之振盪機振盪 30 分鐘後，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：正確量取試樣液 100 mL 置於 250 mL 三角瓶內，加入甲基紅指示劑 5 滴，以氫氧化鈉標準液滴定之，試樣液由紅轉黃為滴定終點。

6.結果處理

樣品游離硫酸（以 H_2SO_4 計）含量(%)＝ C×V×49.04 × 250 × 100

W×1000　　100

C：氧化鈉標準液濃度(M)。

V：氫氧化鈉標準液滴定體積(mL)

W：稱取樣品重(g)

0.1 M 氫氧化鈉標準溶液 1 mL=4.904 mg H_2SO_4

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

(十)亞硫酸(方法編號 AFS1206-1)

1.適用範圍：肥料中亞硫酸含量之測定。

2.檢驗方法參照中華民國國家標準 CNS 13280 肥料中有害成分檢驗法(亞硫酸之測定）。

化學肥料限制事項（不含登記有機質成分之肥料）

(一)水分(方法編號 AFS1301-1)

1.適用範圍：肥料中水分含量之測定。

2.方法概要：在一定溫度及時間之條件下，測定樣品烘乾後減少之重量，計算水分含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：自動控溫，附排氣設備，可維持溫度 105℃±5℃、130℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.01 g。

3.3 坩鍋或稱量瓶：附蓋，玻璃或陶瓷材質。

3.4 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

4.試劑：無。

5.步驟

5.1 試樣：取乾淨附蓋坩鍋或稱量瓶置於烘箱內，以 105℃烘乾 4 小時，蓋上蓋子移置乾燥器內，冷卻至少 45 分鐘後，量稱坩鍋或稱量瓶空重(W_0)。稱取約 10 g 肥料（硫酸銨肥料、硝酸銨肥料）置入坩鍋中，正確量稱加蓋坩鍋或稱量瓶及肥料重(W_1)。

5.2 測定：將盛有樣品之坩鍋或稱量瓶放入烘箱內，以 130℃之溫度烘乾至重量變化不超過 0.01 g 之恆重後，取出含肥料樣品之坩鍋或稱量瓶加蓋於乾燥器中冷卻至少 45 分鐘，正確量稱烘乾後含肥料樣品之坩鍋或稱量瓶重(W_2)。

6.結果處理

$$\text{樣品水分含量(\%)} = \frac{(W_1 - W_2)}{(W_1 - W_0)} \times 100$$

W_0：含蓋坩鍋或稱量瓶空重(g)

W_1：含蓋坩鍋或稱量瓶及含水肥料重(g)

W_2：含蓋坩鍋或稱量瓶及烘乾肥料重(g)

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項：可依樣品原料特性調整溫度及時間測定條件，惟應符合品質管制。

(二)鈉(方法編號 AFS1302-1)

1.適用範圍：肥料中鈉含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取鈉，利用火焰光光度計或感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算鈉含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 火焰光度計。

3.3 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.4 恆溫水浴振盪機。

3.5 三角瓶：250 mL。

3.6 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.7 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.8 分注器：10 mL。

3.9 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.10 硫酸乾燥器。

3.11 聚乙烯瓶：1000 mL。

3.12 塑膠燒杯：1000 mL。

3.13 塑膠定量瓶：1000 mL。

3.14 研缽。

3.15 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 1000 mg/L 鈉標準液：將氯化鈉（NaCl）預先以 500～650℃加熱 40～50 分鐘後，置於硫酸乾燥器中放冷，正確稱取 2.5421 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量，儲存於聚乙烯瓶中。亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：

5.2.1 鉀鹽類：正確稱取 2.500 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 定量瓶內，加入 200 mL 試劑水，充分搖動混合溶解後定量，以濾紙過濾。

5.2.2 複合肥料：正確稱取 2.500 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 200 mL 試劑水，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定

5.3.1 火焰光度計法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.6、3.2、4.8、6.4、8.0 及 9.6 mL 1000 mg/L 鈉標準液，分別加入 7 個 200 mL 定量瓶中，以試劑水稀釋定量，其濃度分別為 0、8、16、24、32、40、48 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以火焰光度計測定，繪製鈉濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以火焰光度計測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

5.3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 及 20.0 mL 1000 mg/L 鈉標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以試劑水稀釋定量，其濃度分別為 0、10.0、20.0、40.0、80.0、100.0 及 200.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製鈉濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

6.1 火焰光光度計法

$$\text{樣品鈉濃度(g/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times f}{W\times 1000}$$

鈉含量(%)＝鈉濃度(g/kg)/10

A：試樣液鈉濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鈉濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法

$$\text{樣品鈉濃度(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

鈉含量(%)＝鈉濃度(mg/kg)/10000

A：試樣液鈉濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鈉濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(三)氯(方法編號 AFS1303-1)

1.適用範圍：肥料中氯含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取氯，與硝酸銀反應生成之氯化銀(AgCl)沉澱，或利用離子層析儀檢測，計算氯含量。

3.儀器與設備

3.1 天平：解析度 0.0001 g。

3.2 恆溫水浴振盪機。

3.3 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.4 定量瓶：100 mL、250 mL、1000 mL。

3.5 硫酸乾燥器。

3.6 聚乙烯瓶：1000 mL。

3.7 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.8 滴定裝置。

3.9 三角瓶：250 mL。

3.10 塑膠燒杯：1000 mL。

3.11 塑膠定量瓶：1000 mL。

3.12 研缽。

3.13 塑膠塞、石蠟膜。

3.14 離子層析儀（Ion Chromatography）：注入閥、樣品迴路、保護管、陰離子層析管、抑制裝置及電導度偵測器及數據處理設備。

3.15 濾膜：孔徑 0.45 μm。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硝酸。

4.3 0.1 M 氯化鈉標準液：將氯化鈉（NaCl）預先以 500～650℃加熱 40～50 分鐘後，置於硫酸乾燥器中放冷，正確稱取 5.8443 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量，儲存於聚乙烯瓶中。亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。

4.4 0.l M 硫氰酸鉀標準液：正確稱取硫氰酸鉀（KSCN）9.72 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量。亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。

4.5 飽和鉻酸鉀溶液指示劑：以試劑水溶解鉻酸鉀（K_2CrO_4），作成飽和溶液。

4.6 硝酸(1＋2)溶液：濃硝酸及試劑水以體積比 1：2 混合。

4.7 硫酸鐵(III)銨溶液指示劑：稱取硫酸鐵(III)銨[$Fe_2(SO_4)_3(NH_4)_2SO_4 \cdot 24H_2O$] 10 g，以試劑水 100 mL 溶解，加入 30 mL 硝酸(1＋2)溶液後加熱微沸。

4.8 0.l M 硝酸銀標準液：稱取硝酸銀（$AgNO_3$）17 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量，儲存於褐色瓶中。正確量取 25 mL 配製之硝酸銀標準液，加入 250 mL 三角瓶中，加 5 mL 試劑水及 l mL 硫酸鐵(III)銨溶液，利用 0.l M 硫氰酸鉀標準液滴定至呈現赤褐色時為滴定終點。標示硝酸銀之正確濃度。亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。

4.9 0.1 M 氫氧化鈉溶液：稱取氫氧化鈉（NaOH）4.00 g，置於 1000 mL 塑膠燒杯內，加入約 900 mL 試劑水攪拌溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.10 0.1 M 硝酸溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確量取 7.1 mL 濃硝酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：

5.2.1 鉀鹽類：正確稱取 2.500 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 定量瓶內，加入 200 mL 試劑水，充分搖動混合溶解後定量，再以濾紙過濾。

5.2.2 複合肥料：正確稱取 2.500 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 200 mL 試劑水，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 氯化銀反應法：

(1)不含磷酸鹽：正確量取試樣液 50～100 mL（以含氯計 5～100 mg）置於 250 mL 三角瓶內，溶液若呈酸性或鹼性時，使用石蕊試紙為指示劑，以 0.1 M 氫氧化鈉溶液或 0.1 M 硝酸溶液中和。加入飽和鉻酸鉀溶液指示劑 1~2 滴，以 0.l M 硝酸銀標準液滴定至呈淡赤褐色為終點。

(2)含磷酸鹽：正確量取試樣液 50～100 mL（以含氯計 5～100 mg）置於 250 mL 三角瓶內，加入 5 mL 0.1 M 硝酸，再加入硝酸銀標準液（依反應當量多加 2～5 mL）及 3 mL 硝基苯（Nitrobenzene），加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，激烈搖動混合使沉澱凝結成海棉狀。打開塑膠塞或石蠟膜以試劑水洗滌之，加入 l mL 硫酸鐵(III)銨溶液指示劑，以 0.l M 硫氰酸鉀標準液反滴定剩餘之硝酸銀，滴定至呈淡赤褐色為終點。

5.3.2 離子層析儀法：依實驗室實際操作條件製作檢量線及測定。

6.結果處理

6.1 氯化銀反應法：

6.1.1 不含磷酸鹽

$$樣品氯含量(\%) = \frac{V \times 3.545 \times 100}{W \times 1000}$$

l mL 0.l M 硝酸銀標準液含有 3.545 mg Cl

V：硝酸銀標準液滴定體積(mL)

W：稱取樣品重(g)

6.1.2 含磷酸鹽

$$樣品氯含量(\%) = \frac{(A \times M \times 3.545 \times 100) - (V \times 3.545 \times 100)}{W \times 1000}$$

l mL 0.l M 硝酸銀標準液含有 3.545 mg Cl

A：標準硝酸銀溶液體積(mL)

M：標準硝酸銀溶液濃度(M)

V：硝酸銀標準液滴定體積(mL)

W：稱取樣品重(g)

6.2 離子層析儀法：依實驗室實際操作條件計算樣品氯含量(%)。

7.品質管制：

7.1 氯化銀反應法：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

7.2 離子層析儀法：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(四)試驗篩（150 µm、212 µm、355 µm、600 µm、850 µm、1.7 mm、2.0 mm 網目）(方法編號 AFS1304-1)

1.適用範圍：肥料中粒徑篩析之測定。

2.檢驗方法：參照中華民國國家標準 CNS 386 試驗篩。

(五)尿素態氮(方法編號 AFS1401-1)

1.適用範圍：肥料中尿素態氮含量之測定。

2.方法概要：樣品及尿素酶加適量水振盪溶解，正確量取適量試樣液，加入氮蒸餾裝置之蒸餾瓶中，再加入氫氧化鈉溶液，使銨態氮轉為氨，經硼酸溶液吸收後，以標準酸溶液滴定之，計算尿素態氮含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.0001 g。

3.3 恆溫水浴振盪機。

3.4 三角瓶：250 mL。

3.5 氮蒸餾裝置。

3.6 數字型滴定器：50 mL，解析度為 0.01 mL。

3.7 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL、2000 mL。

3.8 吸量管：5 mL、10 mL（球型及刻度吸管）。

3.9 pH 測定儀：附有溫度補償功能。

3.10 濾紙：Whatman No.42 或相同等級之濾紙。

3.11 研缽。

3.12 試管振盪器。

3.13 塑膠燒杯：1000 mL。

3.14 塑膠定量瓶：1000 mL。

3.15 燒杯：2000 mL。

3.16 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 尿素酶。

4.3 100 mg/L 銨標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之硫酸銨（$(NH_4)_2SO_4$）0.3667 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，加入 10 mL 濃硫酸（H_2SO_4），混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。亦可依實驗室實際操作條件調整銨標準液濃度。

4.4 0.01 N 硫酸滴定溶液：正確量取 10.0 mL 市售之滴定標準液級 1 N 硫酸標準液，以試劑水定量稀釋至 1000 mL。亦可使用市售之滴定標準液級 0.01 N 硫酸標準液。亦可依實驗室實際操作條件調整硫酸滴定溶液濃度。

4.5 10 M 氫氧化鈉溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 塑膠燒杯中，稱取氫氧化鈉（NaOH）400 g 邊攪拌邊倒入塑膠燒杯中，至完全溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.6 0.05 M 氫氧化鈉溶液：稱取氫氧化鈉 2.00 g，置於 1000 mL 塑膠燒杯內，加入約 900 mL 試劑水攪拌溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.7 0.05 M 鹽酸溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 4.2 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.8 混合指示劑：正確稱取溴甲酚綠（bromocresol green）0.099 g 及甲基紅（methyl red）0.066 g，以 95%乙醇溶解於 100 mL 定量瓶中，以 95%乙醇定量。或依實驗室實際操作條件調整溴甲酚綠及甲基紅用量比例。

4.9 2%硼酸吸收液：稱取試藥級硼酸（H_3BO_3）40.0 g，置於 2000 mL 燒杯中，加入約 1400 mL 試劑水後，置於電磁加熱攪拌器上，加熱使硼酸溶解，待冷卻至室溫，加入 40 mL 混合指示劑，再加入 400 mL 95%乙醇，混合均勻後，以 0.05 M 氫氧化鈉溶液或 0.05 M 鹽酸溶液調整溶液至呈現暗紫紅色（pH 4.8-5.5），再以試劑水洗滌移入 2000 mL 定量瓶中定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：

5.2.1 銨態氮：正確稱取 0.500～2.500 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 試劑水，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.2.1 尿素態氮：正確稱取 0.500～2.500 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入約 1 g 尿素酶，再加入 150 mL 試劑水，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 利用氮蒸餾裝置，將盛有 10～20 mL 2%硼酸吸收液之三角瓶，置於冷凝管下，並將冷凝管端浸入 2%硼酸吸收液內。正確量取 10 mL 試樣液於蒸餾瓶中，並加入 10 mL 10 M 氫氧化鈉溶液，再進行加熱蒸餾，計時 7 分鐘後（可依實驗室實際操作條件調整），取出三角瓶。

5.3.2 餾出液（綠色）以硫酸滴定溶液滴定至與原硼酸吸收液相同之顏色（紫或紫紅色，可用 pH meter 測到 2%硼酸吸收液之 pH），並記錄滴定毫升數。另對試劑水、樣品空白溶液及銨標準液進行定量，並記錄其滴定毫升數。

6.結果處理

6.1 回收率(%)＝ $\dfrac{(V_1-V_2)\times S\times 14.01\times 100}{N\times (V_5/1000)\times (14.01/18.04)}$

6.2 樣品尿素態氮、銨態氮含量(%)＝ $\dfrac{(V_3-V_4)\times S\times 14.01}{W_t\times 1000}\times \dfrac{100}{\text{回收率}}\times \dfrac{V_7}{V_6}\times 100$

S：硫酸滴定溶液濃度(0.01 N)

N：銨標準液濃度(mg/L)

V_1：銨標準液滴定體積(mL)

V_2：試劑水(空白)滴定體積(mL)

V_3：試樣液滴定體積(mL)

V_4：樣品空白溶液滴定體積(mL)

V_5：蒸餾所用銨標準液體積(mL)

V_6：蒸餾所用試樣液體積(mL)

V_7：試樣液定量體積(mL)

W_t：稱取樣品重(g)

6.3 樣品中實際尿素態氮含量須扣掉樣品中銨態氮含量。

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

(六)氮素初期溶出率(方法編號 AFS1402-1)

1.適用範圍：肥料中氮素初期溶出率之測定。

2.方法概要：將肥料在水中靜置一定時間，過濾後再測定氮素，計算氮素初期溶出率。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 105℃±5℃者。
3.2 分析天平：解析度 0.001 g。
3.3 分解管：100 mL，可耐溫至 400℃以上。
3.4 高溫分解爐：可加熱至 400℃，並能穩定持續維持溫度。
3.5 恆溫水浴裝置。
3.6 氮蒸餾裝置。
3.7 數字型滴定器：50 mL，解析度為 0.01 mL。
3.8 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL、2000 mL。
3.9 吸量管：5 mL、10 mL（球型及刻度吸管）。
3.10 pH 測定儀：附有溫度補償功能。
3.11 三角瓶：250 mL。
3.12 塑膠燒杯：1000 mL。
3.13 塑膠定量瓶：1000 mL。
3.14 燒杯：2000 mL。
3.15 試管振盪機。
3.16 塑膠塞、石蠟膜。
3.17 濾紙：Whatman No.1 或相同規格之濾紙。
3.18 研缽。
3.19 篩網：32 mesh(孔徑 500 µm)之標準篩。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。
4.2 水楊酸（$C_6H_4(OH)(COOH)$）。
4.3 硫代硫酸鈉（$Na_2S_2O_3$）。
4.4 過氧化氫（H_2O_2，30%）。
4.5 濃鹽酸。
4.6 濃硫酸。
4.7 0.05 N 鹽酸溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 4.2 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。
4.8 18 N 硫酸溶液：濃硫酸及試劑水以體積比 1：1 混合。
4.9 0.01 N 硫酸滴定溶液：正確量取 10.0 mL 市售之滴定標準液級 1 N 硫酸標準液，以試劑水定量稀釋至 1000 mL。亦可使用市售之滴定標準液級 0.01 N 硫酸標準液。亦可依實驗室實際操作條件調整硫酸滴定溶液濃度。
4.10 10 M 氫氧化鈉溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 塑膠燒杯中，稱取 400 g 氫氧化鈉（NaOH）邊攪拌邊倒入塑膠燒杯中，至完全溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。
4.11 0.05 M 氫氧化鈉溶液：稱取 2.00 g 氫氧化鈉，置於 1000 mL 塑膠燒杯內，加入約 900 mL 試劑水攪拌溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。
4.12 100 mg/L 銨標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之 0.3667 g 硫酸銨（$(NH_4)_2SO_4$），以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，加入 10 mL 濃硫酸，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。亦可依實驗室實際操作條件調整銨標準液濃度。

4.13 混合指示劑：正確稱取 0.099 g 溴甲酚綠（bromocresol green）及 0.066 g 甲基紅（methyl red），以 95%乙醇溶解於 100 mL 定量瓶中，以 95%乙醇定量。或依實驗室實際操作條件調整溴甲酚綠及甲基紅用量比例。

4.14 2%硼酸吸收液：稱取試藥級硼酸（H_3BO_3）40.0 g，置於 2000 mL 燒杯中，加入約 1400 mL 試劑水後，置於電磁加熱攪拌器上，加熱使硼酸溶解，待冷卻至室溫，加入 40 mL 混合指示劑，再加入 400 mL 95%乙醇，混合均勻後，以 0.05 M 氫氧化鈉溶液或 0.05 M 鹽酸溶液調整溶液至呈現暗紫紅色（pH 4.8-5.5），再以試劑水洗滌移入 2000 mL 定量瓶中定量。

4.15 分解促進劑：1 份二氧化硒、1 份硫酸銅及 8 份硫酸鉀之混合物。

4.16 還原鐵：鐵粉。

4.17 德瓦達（Devarda）合金：貯存於緊蓋之瓶中。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品混合均勻（以原狀肥料進行檢驗）。

5.2 試樣液：正確稱取 10.000 g，置於 250 mL 三角瓶內，加入 200 mL 30℃試劑水，以石蠟膜密封後放入恆溫水浴裝置中，維持 30℃靜置 24 小時，再以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 正確稱取適量 5.1 節處理後之試樣，測定全氮(方法編號 AFS1110-1)、銨態氮(方法編號 AFS1111-1)、硝酸態氮(方法編號 AFS1112-1)等含量，以求出試樣中各項氮素含量(B)。

5.3.2 正確量取適量 5.2 節處理後之試樣液，測定全氮(方法編號 AFS1110-1)、銨態氮(方法編號 AFS1111-1)、硝酸態氮(方法編號 AFS1112-1)等含量，以求出各項氮素初期溶出量(A)。

6.結果處理

$$樣品氮素初期溶出率(\%) = \frac{A}{B} \times 100$$

A：各項氮素初期溶出量(%)

B：試樣中各項氮素含量(%)

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項：蒸餾時用變壓器調節電壓大小，勿使蒸汽過強以致硼酸溫度過高(以不使硼酸溶液之溫度超過 25℃)。

(七)氮素活性係數(方法編號 AFS1403-1)

1.適用範圍：肥料中氮素活性係數之測定。

2.方法概要：以冷水及熱磷酸鹽緩衝液分別浸溶肥料樣品，以兩者不溶性氮素含量之差，除以冷水不溶性氮素含量所得百分率，計算氮素活性係數。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.001 g。

3.3 分解管：100 mL，可耐溫至 400℃以上。

3.4 高溫分解爐：可加熱至 400℃，並能穩定持續維持溫度。

3.5 氮蒸餾裝置。

3.6 數字型滴定器：50 mL，解析度為 0.01 mL。

3.7 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL、2000 mL。
3.8 吸量管：5 mL、10 mL（球型及刻度吸管）。
3.9 pH 測定儀：附有溫度補償功能。
3.10 塑膠燒杯：1000 mL。
3.11 塑膠定量瓶：1000 mL。
3.12 燒杯：50 mL、2000 mL。
3.13 量筒：50 mL。
3.14 高腳燒杯：200 mL。
3.15 錶玻璃。
3.16 玻棒。
3.17 試管振盪機。
3.18 濾紙：Whatman No.1 或相同規格之濾紙。
3.19 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。
4.2 水楊酸（$C_6H_4(OH)(COOH)$）。
4.3 硫代硫酸鈉（$Na_2S_2O_3$）。
4.4 過氧化氫（H_2O_2，30%）。
4.5 濃鹽酸。
4.6 濃硫酸。
4.7 0.05 N 鹽酸溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 4.2 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。
4.8 18 N 硫酸溶液：濃硫酸及試劑水以體積比 1：1 混合。
4.9 0.01 N 硫酸滴定溶液：正確量取 10.0 mL 市售之滴定標準液級 1 N 硫酸標準液，以試劑水定量稀釋至 1000 mL。亦可使用市售之滴定標準液級 0.01 N 硫酸標準液。亦可依實驗室實際操作條件調整硫酸滴定溶液濃度。
4.10 10 M 氫氧化鈉溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 塑膠燒杯中，稱取 400 g 氫氧化鈉（NaOH）邊攪拌邊倒入塑膠燒杯中，至完全溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。
4.11 0.05 M 氫氧化鈉溶液：稱取 2.00 g 氫氧化鈉，置於 1000 mL 塑膠燒杯內，加入約 900 mL 試劑水攪拌溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。
4.12 100 mg/L 銨標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之 0.3667 g 硫酸銨（$(NH_4)_2SO_4$），以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，加入 10 mL 濃硫酸，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。亦可依實驗室實際操作條件調整銨標準液濃度。
4.13 混合指示劑：正確稱取 0.099 g 溴甲酚綠（bromocresol green）及 0.066 g 甲基紅（methyl red），以 95%乙醇溶解於 100 mL 定量瓶中，以 95%乙醇定量。或依實驗室實際操作條件調整溴甲酚綠及甲基紅用量比例。
4.14 2%硼酸吸收液：稱取試藥級硼酸（H_3BO_3）40.0 g，置於 2000 mL 燒杯中，

加入約 1400 mL 試劑水後，置於電磁加熱攪拌器上，加熱使硼酸溶解，待冷卻至室溫，加入 40 mL 混合指示劑，再加入 400 mL 95%乙醇，混合均勻後，以 0.05 M 氫氧化鈉溶液或 0.05 M 鹽酸溶液調整溶液至呈現暗紫紅色（pH 4.8-5.5），再以試劑水洗滌移入 2000 mL 定量瓶中定量。

4.15 分解促進劑：1 份二氧化硒、1 份硫酸銅及 8 份硫酸鉀之混合物。

4.16 還原鐵：鐵粉。

4.17 德瓦達（Devarda）合金：貯存於緊蓋之瓶中。

4.18 矽藻土。

4.19 磷酸鹽緩衝液：稱取 14.3 g 磷酸一鉀（KH_2PO_4）及 91.0 g 磷酸二鉀（K_2HPO_4）置於 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量，再以此原液正確稀釋 10 倍後使用（pH 7.5±0.2）。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：

5.2.1 冷水不溶性氮素含量：正確稱取 1.000 g，置於 50 mL 燒杯中，以少量酒精潤溼，以量筒量取約 20 mL 25℃試劑水加入，每 5 分鐘以玻棒攪拌 1 次，共攪拌 3 次。將上清液以濾紙過濾，濾液收集於 250 mL 定量瓶中。以同溫度試劑水洗滌燒杯中之不溶物，再如上反覆 4~5 次收集濾液。最後將燒杯中之不溶物，全部以試劑水洗滌至濾紙過濾，持續洗滌濾紙上之不溶物，至濾液達 250 mL。

5.2.2 熱磷酸鹽緩衝液不溶性氮素含量：正確稱取相當於含有 0.12 g 冷水不溶性氮量的試樣，置於 200 mL 高腳燒杯中，加入 100 mL 熱磷酸鹽緩衝液(pH 7.5，100℃)並攪拌，蓋上錶玻璃，移置於沸騰的水浴中，每 10 分鐘攪拌約 5 秒，經過 30 分鐘後，立即以濾紙過濾。若此過濾超過 4 分鐘以上，即應終止、放棄測定，需另稱取樣品重新操作，並於加熱後自水浴中取出燒杯前，加入 1 g 矽藻土，一面攪拌，一面過濾。濾紙上的不溶物則以 100 mL 沸水充分洗滌，連同濾紙一併移入分解瓶。

5.3 測定：

5.3.1 冷水不溶性氮素含量：將燒杯中之不溶物與濾紙一併移入分解瓶後，測定全氮(方法編號 AFS1110-1)含量，此為冷水不溶性氮素含量(B%)。

5.3.2 熱磷酸鹽緩衝液不溶性氮素含量：測定全氮(方法編號 AFS1110-1)含量，此為熱磷酸鹽緩衝液不溶性氮素含量(B%)。

6.結果處理

$$\text{樣品氮素活性係數}(\%) = \frac{(A - B)}{B} \times 100$$

A：冷水不溶性氮素含量(%)

B：熱磷酸鹽緩衝液不溶性氮素含量(%)

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項：蒸餾時用變壓器調節電壓大小，勿使蒸汽過強以致硼酸溫度過高(以不使硼酸溶液之溫度超過 25℃)。

(八)胍態氮(方法編號 AFS1404-1)

1.適用範圍：肥料中氮素活性係數之測定。

2.檢驗方法：參照中華民國國家標準 CNS 14747 肥料檢驗法(胍態氮之測定)。

(九)雙氰胺態氮(方法編號 AFS1405-1)

1.適用範圍：肥料中雙氰胺態氮含量之測定。

2.方法概要：使用硝酸將樣品中雙氰胺轉化成甲脒脲硝酸鹽[guanylurea nitrate, $NH_2C(NH)NHCONH_2HNO_3$]，再於鹼性溶液與鎳離子反應生成甲脒脲鎳 [$Ni(C_2H_5N_4O)_2 \cdot 2H_2O$]之難溶性化合物沉澱，計算雙氰胺態氮含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 125℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.001 g。

3.3 恆溫水浴振盪機。

3.4 坩堝型玻璃過濾器。

3.5 硫酸乾燥器。

3.6 錶玻璃。

3.7 寬口共栓稱量瓶：200 mL。

3.8 三角瓶：250 mL。

3.9 定量瓶：100 mL、1000 mL。

3.10 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20 mL（球型及刻度吸管）。

3.11 塑膠燒杯：25 mL。

3.12 塑膠定量瓶：25 mL。

3.13 燒杯：250 mL。

3.14 濾紙：Whatman No.1 或相同規格之濾紙。

3.15 研缽。

3.16 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硝酸。

4.3 濃氨水。

4.4 0.25 N 硝酸溶液：取約 300 mL 試劑水，加入 500 mL 定量瓶中，量取 8.0 mL 濃硝酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.5 氨水(2+25)溶液：濃氨水及試劑水以體積比 2:25 混合。

4.6 氨水(1+200)溶液：濃氨水及試劑水以體積比 1:200 混合。

4.7 5 N 氫氧化鈉溶液：稱取 5.0 g 氫氧化鈉（NaOH），置於 25 mL 塑膠燒杯內，加入約 20 mL 試劑水攪拌溶解，待冷卻至室溫，再倒入 25 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.8 飽和甲脒脲鎳氨水溶液：於 250 mL 燒杯中，依序加入 100 mL 試劑水、3.0 g 甲脒脲硫酸鹽[$(C_2H_6ON_4)_2H_2SO_4 \cdot H_2O$]、2.0 g 甘露糖醇、2.0 g 硝酸鎳及 1.0 g 硝酸銨，充分溶解後，滴加氫氧化鈉溶液(20%)至微鹼性(pH8~9)，攪拌 30 分鐘後放置隔夜，以玻璃過濾器過濾，取得沉澱並以氨水(2+25)溶液洗淨，或取上次分析所得甲脒脲鎳沉澱。用氨水(2+25)溶液溶解至飽和後過濾，此溶液有效期限 6 個月。

4.9 鎳試藥溶液：稱取 40.0 g 硝酸鎳[$Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$]及 20.0 g 硝酸銨，以 100 mL 飽和甲脒脲鎳氨水溶液溶解後，立即以濾紙過濾。

4.10 甘露糖醇溶液(10%)：稱取 10.0 g 甘露糖醇，以飽和甲脒脲鎳氨水溶液溶解，移入 100 mL 定量瓶，以試劑水定量。

4.11 丙酮。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 5.000 g，置於 250 mL 三角瓶中，加入 200 mL 丙酮，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30~40 次之恆溫水浴振盪機振盪 2 小時後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 正確量取適量之試樣液[以雙氰胺態氮(N)計 30~130 mg]，置於 200 mL 寬口共栓稱量瓶中，放在水浴中蒸發至乾涸。加入 20 mL0.25 N 硝酸溶液，蓋上錶玻璃，置於水浴中蒸發，控制在約 2 小時蒸乾。

5.3.2 加入 40 mL 甘露糖醇溶液(10%)及 3 mL 鎳試藥溶液，殘留物溶解後，滴加 2~4 mL 5 N 氫氧化鈉溶液，再蓋上瓶栓以防止氨氣揮散。將此溶液放置一夜，使沉澱完全，溶液變為綠色。

5.3.3 以經 125℃乾燥且已知重量之坩堝型玻璃過濾器過濾，以 100 mL 氨水(1+200)溶液洗淨後，放置於烘箱內以 125℃乾燥 1 小時，取出放在硫酸乾燥器內冷卻，正確稱重求出甲脒脲鎳[$Ni(C_2H_5N_4O)_2$]沉澱物之重量，以此重量乘以係數算出雙氰胺態氮(N)之重量。需對樣品空白溶液進行測定，以補正定量結果。

6.結果處理

$$\text{樣品雙氰胺態氮含量(\%)} = \frac{A \times 0.4295}{W} \times 100$$

A：甲脒脲鎳沉澱物重量(g)

0.4295：甲脒脲鎳與所含雙氰胺態氮的轉換係數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

(十)硫酸鹽類[(以$(NH_4)_2SO_4$表示)(方法編號 AFS1406-1)

1.適用範圍：肥料中硫酸鹽類(以$(NH_4)_2SO_4$表示)之測定。

2.方法概要：樣品經鹽酸消解後，與氯化鋇反應生成之硫酸鋇($BaSO_4$)，計算硫酸鹽類[(以$(NH_4)_2SO_4$表示)含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001 g。

3.2 高溫分解爐：自動控溫，可維持溫度 850℃±20℃者。

3.3 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.4 恆溫水浴振盪機。

3.5 恆溫水浴裝置。

3.6 坩堝。

3.7 錶玻璃。

3.8 高腳燒杯：500 mL。

3.9 吸量管：1 mL、10 mL、20 mL（球型及刻度吸管）。

3.10 三角瓶：250 mL。

3.11 定量瓶：100 mL、250 mL。

3.12 量筒：100 mL。

3.13 滴管。

3.14 硫酸乾燥器。

3.15 濾紙：Whatman No.1 或相同規格之濾紙。

3.16 研缽。

3.17 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃鹽酸。

4.3 鹽酸(1+9)溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1:9 混合。

4.4 氯化鋇溶液(10%)：正確稱取 10.0 g 試藥級氯化鋇($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)，以少量試劑水溶解後，移入 100 mL 定量瓶中，再以試劑水定量。

4.5 甲基紅指示劑：正確稱取 0.2 g 甲基紅，移入 100 mL 定量瓶中，再以乙醇(90%)定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 10.000 g，置於 250 mL 三角瓶內，加入 l50 mL 鹽酸(1+9)溶液，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 正確量取適量試樣液(以 SO_3 計 10~200 mg 為宜)，置於 500 mL 高腳燒杯中，加入試劑水至約 300 mL，加入 1.0 mL 濃鹽酸，蓋上錶玻璃，加熱至沸騰。

5.3.2 隨即以滴管徐徐加入溫熱(約 35℃)之氯化鋇溶液(10%)，滴加至反應當量稍過量後，置於 80℃水浴上加熱 2 小時，放冷至室溫後，以濾紙過濾。

5.3.3 以 80℃試劑水洗滌濾紙上沉澱物，將沉澱物與濾紙一併移入已知重量且經 850℃灼熱之坩堝中，移至高溫分解爐，先以 120℃乾燥，經 600℃灰化，最後以 850℃灼熱 2 小時，取出置於硫酸乾燥器內放冷至室溫後，正確稱出硫酸鋇($BaSO_4$)之重量。

6.結果處理

$$\text{樣品硫酸鹽類[(以}(NH_4)_2SO_4\text{表示)含量(\%)} = \frac{A \times 0.5662 \times V}{W \times 250} \times 100$$

A：硫酸鋇($BaSO_4$)之重量(g)

0.5662：硫酸鋇與硫酸銨之轉換係數

W：稱取樣品重(g)

V：試樣液取樣體積(mL)

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

(十一)碳化鈣(方法編號 AFS1407-1)

1.適用範圍：肥料中碳化鈣含量之測定。

2.檢驗方法：參照中華民國國家標準 CNS 188 氰氮化鈣分析法。

(十二)檸檬酸溶性磷酐(以原狀肥料四次萃取合計量計算)(方法編號 AFS1501-1)

1.適用範圍：肥料中檸檬酸溶性磷酐(以原狀肥料四次萃取合計量計算)之測定。

2.方法概要：以檸檬酸萃取樣品中磷酐，以原狀肥料四次萃取合計量計算。

3.檢驗方法：依照檸檬酸溶性磷酐(方法編號 AFS1122-1)。

4.試樣液

4.1 第一試樣液：正確稱取 1.000 g，置於 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 檸檬酸溶液，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

4.2 第二試樣液：將上述不溶殘渣及濾紙移入 250 mL 三角瓶內，加入 150 mL 檸檬酸溶液，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，搖動至濾紙完全破壞，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

4.3 重複 4.2 試樣液 2 次，分別取得第三、四試樣液。

4.4 正確量取等量之 4 次試樣液混合，供作定量用。

(十三)碳酸鈉(方法編號 AFS1601-1)

1.適用範圍：肥料中碳化鈉含量之測定。

2.檢驗方法：參照中華民國國家標準 CNS 3755 肥料級氯化鉀分析法。

(十四)無水硼酸鈉(方法編號 AFS1602-1)

1.適用範圍：肥料中無水硼酸鈉含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取溶性硼，測定水溶性硼含量，計算無水硼酸鈉含量。

3.檢驗方法：依照水溶性硼(方法編號 AFS1171-1)。

4.結果處理

樣品無水硼酸鈉含量(%)＝水溶性硼含量(%)×201.22/10.81

硼(B)分子量：10.81

無水硼酸鈉($Na_2B_4O_7$)分子量：201.22

(十五)硫酸鹽類(以 K_2SO_4 表示)(方法編號 AFS1603-1)

1.適用範圍：肥料中硫酸鹽類(以 K_2SO_4 表示)之測定。

2.方法概要：樣品經鹽酸消解後，與氯化鋇反應生成之硫酸鋇($BaSO_4$)，計算硫酸鹽類(以 K_2SO_4 表示)。

3.儀器與設備：同方法編號 AFS1406-1。

4.試劑：同方法編號 AFS1406-1。

5.步驟：同方法編號 AFS1406-1。

6.結果處理

$$樣品硫酸鹽類(以\ K_2SO_4\ 表示)含量(\%) = \frac{A \times 0.7466 \times V}{W \times 250} \times 100$$

A：硫酸鋇($BaSO_4$)之重量(g)

0.7466：硫酸鋇與硫酸鉀之轉換係數

W：稱取樣品重(g)

V：試樣液取樣體積(mL)

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

(十六)碳酸鹽類(以 CO_2 表示)(方法編號 AFS1604-1)

1.適用範圍：肥料中碳酸鹽類(以 CO_2 表示)之測定。

2.檢驗方法：參照中華民國國家標準 CNS 14748 肥料檢驗法(二氧化碳之測定)。

(十七)硫酸鹽衍生之氧化鎂(方法編號 AFS1701-1)

1.適用範圍：肥料中硫酸鹽衍生之氧化鎂之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取後，與氯化鋇反應生成之硫酸鋇($BaSO_4$)，另測定水溶性氧化鈣含量，計算硫酸鹽衍生之氧化鎂含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001 g。

3.2 高溫分解爐：自動控溫，可維持溫度 850℃±20℃者。

3.3 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.4 恆溫水浴振盪機。

3.5 恆溫水浴裝置。

3.6 坩堝。

3.7 錶玻璃。

3.8 高腳燒杯：500 mL。

3.9 吸量管：1 mL、10 mL、20 mL（球型及刻度吸管）。

3.10 三角瓶：250 mL。

3.11 定量瓶：100 mL、250 mL。

3.12 量筒：100 mL。

3.13 滴管。

3.14 硫酸乾燥器。

3.15 濾紙：Whatman No.1 或相同規格之濾紙。

3.16 研缽。

3.17 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃鹽酸。

4.3 氯化鋇溶液(10%)：正確稱取 10.0 g 試藥級氯化鋇($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)，以少量試劑水溶解後，移入 100 mL 定量瓶中，再以試劑水定量。

4.4 甲基紅指示劑：正確稱取 0.2 g 甲基紅，移入 100 mL 定量瓶中，再以乙醇(90%)定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：正確稱取 5.000 g，置於 250 mL 三角瓶內，加入 200 mL 試劑水，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 1 小時，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 正確量取適量試樣液(以 SO_3 計 10~200 mg 為宜)，置於 500 mL 高腳燒杯中，加入試劑水至約 300 mL，加入 1.0 mL 濃鹽酸，蓋上錶玻璃，加熱至沸騰。

5.3.2 隨即以滴管徐徐加入溫熱(約 35℃)之氯化鋇溶液(10%)，滴加至反應當量稍過量後，置於 80℃水浴上加熱 2 小時，放冷至室溫後，以濾紙過濾。

5.3.3 以 80℃試劑水洗滌濾紙上沉澱物，將沉澱物與濾紙一併移入已知重量且經 850℃灼熱之坩堝中，移至高溫分解爐，先以 120℃乾燥，經 600℃灰化，最後以 850℃灼熱 2 小時，取出置於硫酸乾燥器內放冷至室溫後，正確稱出硫酸鋇($BaSO_4$)之重量(A)。

5.3.4 取此試樣液，測定水溶性氧化鈣(方法編號 AFS1141-1)含量(C)，進而計算硫酸鹽衍生之氧化鎂含量。

6.結果處理

$$樣品水溶性硫酸根含量(\%)(B)=\frac{A\times0.4116\times V}{W\times250}\times100$$

$$硫酸鹽衍生之氧化鎂含量(\%)=(B-C\times0.1713)\times0.419$$

A：硫酸鋇($BaSO_4$)之重量(g)
0.4116：硫酸鋇與水溶性硫酸根之轉換係數
W：稱取樣品重(g)
V：試樣液取樣體積(mL)
B：水溶性硫酸根含量(%)
C：水溶性氧化鈣含量(%)
1.713：氧化鈣與硫酸根之轉換係數

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」

有機質肥料主成分（含登記有機質成分之肥料）

(一)全氮(方法編號 AFS2110-1)

1.適用範圍：有機質肥料中全氮含量之測定。

2.方法概要：利用濃硫酸、水楊酸及硫代硫酸鈉在高溫處理下，使肥料中含氮化合物及硝酸態氮轉為銨態氮。取適量分解液於熱蒸餾器中加入氫氧化鈉，使銨態氮轉為氨，經硼酸溶液吸收後，再以標準酸溶液滴定之，計算肥料全氮含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 70℃±2℃及 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.0001 g。

3.3 試管振盪器。

3.4 電磁加熱攪拌器。

3.5 高溫加熱分解爐：可加熱至 400℃±3℃，並能穩定持續維持溫度。

3.6 氮蒸餾裝置。

3.7 pH 測定儀：附有溫度補償功能。

3.8 數字型滴定器：50 mL，解析度為 0.01 mL。

3.9 分析篩：35 mesh。

3.10 坩鍋或稱量瓶：附蓋，玻璃或陶瓷材質。

3.11 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

3.12 分解管：100 mL，可耐溫至 400℃以上。

3.13 定量瓶：50 mL、100 mL、200 mL、1000 mL、2000 mL。

3.14 吸量管：5 mL、10 mL（球型及刻度吸管）。

3.15 燒杯：1000 mL、2000 mL。

3.16 三角瓶：150 mL。

3.17 濾紙：Whatman No.1 或相同規格之濾紙。

3.18 磨碎機。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 水楊酸（$C_6H_4(OH)(COOH)$）。

4.3 硫代硫酸鈉（$Na_2S_2O_3$）。

4.4 過氧化氫（H_2O_2，30%）。

4.5 250 mg/L 銨標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之硫酸銨(($NH_4)_2SO_4$)0.9167 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，加入 10 mL 濃硫酸，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。亦可使用市售之離子層析級銨標準液稀釋備用。亦可依實驗室實際操作條件調整銨標準液濃度。

4.6 10 M 氫氧化鈉溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 塑膠燒杯中，稱取氫氧化鈉（NaOH）400 g 邊攪拌邊倒入塑膠燒杯中，至完全溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.7 0.05 M 氫氧化鈉溶液：稱取氫氧化鈉 2.00 g，置於 1000 mL 塑膠燒杯內，加入約 900 mL 試劑水攪拌溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.8 0.05 M 鹽酸溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 4.2 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.9 0.01 N 硫酸滴定溶液：正確量取 10.0 mL 市售之滴定標準液級 1 N 硫酸標準液，以試劑水定量稀釋至 1000 mL。亦可使用市售之滴定標準液級 0.01 N 硫酸標準液。亦可依實驗室實際操作條件調整硫酸滴定溶液濃度。

4.10 混合指示劑：正確稱取溴甲酚綠（bromocresol green）0.099 g 及甲基紅（methyl red）0.066 g，以 95%乙醇溶解於 100 mL 定量瓶中，以 95%乙醇定量。亦可依實驗室實際操作條件調整溴甲酚綠及甲基紅用量比例。

4.11 2%硼酸吸收液：稱取試藥級硼酸（H_3BO_3）40.0 g，置於 2000 mL 燒杯中，加入約 1400 mL 試劑水後，置於電磁加熱攪拌器上，加熱使硼酸溶解，待冷卻至室溫，加入 40 mL 混合指示劑，再加入 400 mL 95%乙醇，混合均勻後，以 0.05 M 氫氧化鈉溶液或 0.05 M 鹽酸溶液調整溶液至呈現暗紫紅色（pH 4.8-5.5），再以試劑水洗滌移入 2000 mL 定量瓶中定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：有機質肥料樣品在 70℃下烘乾至恆重，以磨碎機磨碎，並通過 35 mesh 篩網，再在 70℃下烘乾至恆重，移入乾燥器內，冷卻至室溫。

5.2 試樣液：

5.2.1 正確稱取樣品 0.3000 g（液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管中，加入 7 mL 濃硫酸及 0.3 g 水楊酸，以試管振盪器混合之，靜置隔夜（需將分解管封口或加蓋以免吸收氨氣）。

5.2.2 隔天加入約 0.3 g 硫代硫酸鈉。將分解管置於高溫加熱分解爐中，先以約 100℃加熱，此時會產生泡沫，若產生過多泡沫量，可先自分解爐上取出

冷卻，避免泡沫衝出管口，再置於分解爐上繼續加熱，至不產生泡沫時，以每 20～30 分鐘升溫 50℃之速度增溫至 350℃，在 350℃溫度下，加熱直至固體分解（約需 3 小時）成醬油色為止，期間須注意勿使分解樣品液變乾。

5.2.3 取出放置冷卻，加 2 mL 30%過氧化氫，再置於分解爐中，加熱直至樣品液澄清為止。可視樣品性質差異調整過氧化氫用量及添加次數。

5.2.4 取出於室溫下冷卻，再加入約 40 mL 試劑水，以使其釋出部分稀釋熱，待冷卻至室溫後，移入 50 mL 定量瓶中，以試劑水稀釋定量，混合均勻，以濾紙過濾，濾液則進行氮之測定。

5.3 測定：

5.3.1 利用氮蒸餾裝置，將盛有 10～20 mL 2%硼酸吸收液之三角瓶，置於冷凝管下，並將冷凝管端浸入 2%硼酸吸收液內。

5.3.2 加熱蒸餾：正確量取 10 mL 試樣液於蒸餾瓶中，並加入 10 mL 10 M 氫氧化鈉溶液，再進行加熱蒸餾，計時 7 分鐘後（可依實驗室實際操作條件調整），取出三角瓶。

5.3.3 餾出液（綠色）以硫酸滴定溶液滴定至與原硼酸吸收液相同之顏色（紫或紫紅色，可用 pH meter 測到 2%硼酸吸收液之 pH），並記錄滴定毫升數。另對試劑水、樣品空白溶液及銨標準液進行定量，並記錄其滴定毫升數。

6.結果處理

6.1 回收率(%)＝ $\dfrac{(V_1-V_2)\times S\times 14.01\times 100}{N\times(V_5/1000)\times(14.01/18.04)}$

6.2 樣品全氮含量(%)＝ $\dfrac{(V_3-V_4)\times S\times 14.01}{W_t\times 1000}\times\dfrac{100}{\text{回收率}}\times\dfrac{V_7}{V_6}\times 100$

S：硫酸滴定溶液濃度(0.01 N)

N：銨標準液濃度(mg/L)

V_1：銨標準液滴定體積(mL)

V_2：試劑水(空白)滴定體積(mL)

V_3：試樣液滴定體積(mL)

V_4：樣品空白溶液滴定體積(mL)

V_5：蒸餾所用銨標準液體積(mL)

V_6：蒸餾所用試樣液體積(mL)

V_7：試樣液定量體積(mL)

W_t：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項：蒸餾時用變壓器調節電壓大小，勿使蒸汽過強以致硼酸溫度過高（以不使硼酸溶液之溫度超過 25℃）。

(二)全磷酐(方法編號 AFS2120-1)

1.適用範圍：有機質肥料中全磷酐含量之測定。

2.方法概要：有機質肥料經二酸（硝酸與過氯酸）分解後，利用鉬黃法或感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）檢測並換算有機質肥料中全磷酐含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 70℃±2℃及 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.0001g。
3.3 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。
3.4 分光光度計。
3.5 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。
3.6 分析篩：35 mesh。
3.7 坩鍋或稱量瓶：附蓋，玻璃或陶瓷材質。
3.8 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。
3.9 分解管：100 mL。
3.10 定量瓶：50 mL、100 mL、1000 mL。
3.11 吸量管：5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。
3.12 分注器：10 mL。
3.13 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。
3.14 磨碎機。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。
4.2 二酸分解液：濃硝酸及濃過氯酸以體積比 5：1 混合，貯存於棕色玻璃瓶中備用。
4.3 3 M 鹽酸溶液：取約 500 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確量取 250 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。
4.4 3.5 M 硫酸溶液：取約 500 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確量取 194 mL 濃硫酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。
4.5 1000 mg/L 磷標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之磷酸二氫鉀（KH_2PO_4）4.3871 g，先以試劑水溶解後，加入 25 mL 3.5 M 硫酸溶液，再倒入 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量。亦可使用市售之 ICP 分析級磷標準液。
4.6 50 mg/L 磷標準液：正確量取 5.0 mL 1000 mg/L 磷標準液，以試劑水定量至 100 mL。亦可依實驗室實際操作條件調整磷標準液濃度。
4.7 硝酸-釩酸-鉬酸呈色劑（鉬黃法試劑）：稱取鉬酸銨（ammonium molybdate，$(NH_4)_6Mo_7O_{24}.4H_2O$）25 g 溶解於 400 mL 試劑水中，此為 A 液。溶解偏釩酸銨（ammonium metavanadate，NH_4VO_3）1.25 g 於 300 mL 煮沸之試劑水中，冷卻後再加入 250 mL 濃硝酸，待冷，此為 B 液。將 B 液倒入 1000 mL 定量瓶中，再將 A 液倒入混合，以試劑水定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：有機質肥料樣品在 70℃下烘乾至恆重，以磨碎機磨碎，並通過 35 mesh 篩網，再在 70℃下烘乾至恆重，移入乾燥器內，冷卻至室溫。
5.2 試樣液：
5.2.1 正確稱取樣品 0.400 g（液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管中，加入二酸分解液 6.0 mL，混合均勻，靜置隔夜。
5.2.2 隔天將分解管置於高溫加熱分解爐中，緩慢加熱至 180℃，不可超過此溫度，持續加熱至澄清狀態。此步驟所需時間長短不一，少則 1 天，多則數天，需至澄清狀態才可；若無法達到澄清狀態，則至少需待分解管

底部之殘餘物變白或變黃為止。

5.2.3 待分解完成後，取出放置冷卻，再加入 5 mL 3 M 鹽酸溶液，混合均勻後，再置於分解爐上加熱至 180℃，使棕色氣體消失為止。

5.2.4 完成分解處理後，取出放置冷卻，將分解管內澄清液倒入 50 mL 定量瓶中，以試劑水洗滌分解管多次，一起收集於定量瓶中，以試劑水定量，再以濾紙過濾。另對試藥作樣品空白試驗。

5.3 測定

5.3.1 鉬黃法

(1)檢量線製作：分別正確量取 0、2.0、4.0、6.0、8.0 與 10.0 mL 50 mg/L 磷標準液，加入 6 個 50 mL 定量瓶中，加約 20 mL 試劑水，再加入 10 mL 硝酸-釩酸-鉬酸呈色劑，混合後，以試劑水定量，混合均勻，其濃度分別為 0、2.0、4.0、6.0、8.0 及 10.0 mg/L，靜置 20 分鐘後，在 420 nm 波長下測定其吸光度，製作磷標準檢量線。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)正確量取 5.0 mL 試樣液置於 50 mL 定量瓶中，依上述檢量線標準液製作程序，製備待測樣品液，在 420 nm 波長下測定其吸光度。另對樣品空白溶液進行測定，並記錄其吸光度。

5.3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 及 20.0 mL 1000 mg/L 磷標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，再加入 2.5 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其磷濃度分別為 0、10.0、20.0、40.0、80.0、100.0 及 200.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製磷濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定磷濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

6.1 鉬黃法

$$樣品全磷濃度(g/kg)= \frac{(A-B)\times V_1\times V_2\times f}{W\times V_3\times 1000}$$

全磷酐含量(%)＝樣品全磷濃度(g/kg)/10×142/62

A：試樣液磷濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液磷濃度(mg/L)

f：稀釋倍數

V_1：試樣液定量體積(mL)

V_2：試樣液呈色定量體積(mL)

V_3：試樣液呈色量取體積(mL)

W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法

$$樣品全磷濃度(mg/kg)= \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

全磷酐含量(%)＝樣品全磷濃度(mg/kg)/10000×142/62

A：試樣液磷濃度(mg/L)

B：樣品空白溶液磷濃度(mg/L)。

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(三)全氧化鉀(方法編號 AFS2130-1)

1.適用範圍：有機質肥料中全氧化鉀含量之測定。

2.方法概要：有機質肥料經二酸（硝酸與過氯酸）分解後，利用火焰光光度計或感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測並換算有機質肥料中全氧化鉀含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 70℃±2℃及 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.0001 g。

3.3 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.4 火焰光度計。

3.5 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.6 分析篩：35 mesh。

3.7 坩鍋或稱量瓶：附蓋，玻璃或陶瓷材質。

3.8 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

3.9 分解管：100 mL。

3.10 定量瓶：50 mL、100 mL、200 mL、1000 mL。

3.11 吸量管：5 mL、10 mL（球型及刻度吸管）。

3.12 分注器：10 mL。

3.13 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.14 磨碎機。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 二酸分解液：濃硝酸及濃過氯酸以體積比 5：1 混合，貯存於棕色玻璃瓶中備用。

4.3 3 M 鹽酸溶液：取約 500 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確量取 250 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.4 1000 mg/L 鉀標準液：正確稱取 105℃烘乾 4 小時之氯化鉀（KCl）1.9068 g 或硫酸鉀（K_2SO_4）2.2284 g 溶解於水，倒入 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量。亦可使用市售之 ICP 分析級鉀標準液。

5.步驟

5.1 樣品處理：有機質肥料樣品在 70℃下烘乾至恆重，以磨碎機磨碎，並通過 35 mesh 篩網，再在 70℃下烘乾至恆重，移入乾燥器內，冷卻至室溫。

5.2 試樣液：

5.2.1 正確稱取樣品 0.400 g（樣品全氧化鉀含量大於 8%時應減量秤樣，液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管中，加入二酸分解液 6.0 mL，混合均勻，靜置隔夜。

5.2.2 隔天將分解管置於高溫加熱分解爐中，緩慢加熱至 180℃，不可超過此溫度，持續加熱至澄清狀態。此步驟所需時間長短不一，少則 1 天，多

則數天，需至澄清狀態才可；若無法達到澄清狀態，則至少需待分解管底部之殘餘物變白或變黃為止。

5.2.3 待分解完成後，取出放置冷卻，再加入 5 mL 3 M 鹽酸溶液，混合均勻後，再置於分解爐上加熱至 180℃，使棕色氣體消失為止。

5.2.4 完成分解處理後，取出放置冷卻，將分解管內澄清液倒入 50 mL 定量瓶中，以試劑水洗滌分解管多次，一起收集於定量瓶中，以試劑水定量，再以濾紙過濾。另對試藥作樣品空白試驗。

5.3 測定

5.3.1 火焰光度計法

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.6、3.2、4.8、6.4、8.0 及 9.6 mL 1000 mg/L 鉀標準液，分別加入 7 個 200 mL 定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其鉀濃度分別為 0、8、16、24、32、40、48 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以火焰光度計測定，繪製鉀濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以火焰光度計測定鉀濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

5.3.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 及 20.0 mL 1000 mg/L 鉀標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，再加入 2.5 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其鉀濃度分別為 0、10.0、20.0、40.0、80.0、100.0 及 200.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製鉀濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定鉀濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

6.1 火焰光光度計法

$$\text{樣品全鉀濃度(g/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times f}{W\times 1000}$$

全氧化鉀含量(%)＝樣品全鉀濃度(g/kg)/10×94/78

A：試樣液鉀濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鉀濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法

$$\text{樣品全鉀濃度(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

全氧化鉀含量(%)＝樣品全鉀濃度(mg/kg)/10000×94/78

A：試樣液鉀濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鉀濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(四)有機質(方法編號 AFS2101-1)

1.適用範圍：原料不含化學肥料、礦物之有機質肥料中有機質含量之測定。

2.方法概要：將有機質肥料樣品經高溫灰化後，測定減少量，即為有機質含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：自動控溫，附排氣設備，可維持溫度 70℃±2℃及 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.001 g。

3.3 高溫灰化爐：自動控溫，可維持溫度 600℃±30℃者。

3.4 分析篩：35 mesh。

3.5 坩鍋：附蓋，陶瓷材質。

3.6 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

3.7 磨碎機。

4.試劑：無。

5.步驟

5.1 樣品處理：固態有機質肥料樣品在 70℃下烘乾至恆重，以磨碎機磨碎，並通過 35 mesh 篩網，再在 70℃下烘乾至恆重，移入乾燥器內，冷卻至室溫。液態肥料樣品無須烘乾，於取樣前須混合均勻。

5.2 取乾淨附蓋坩鍋置於烘箱內，以 105℃烘乾 4 小時，取出加蓋，置於乾燥器內冷卻至少 45 分鐘後，正確量稱附蓋坩鍋空重(W_0)。稱取約 10 g 肥料（液態者直接稱取）置入坩鍋中，正確量稱含樣品之附蓋坩鍋重(W_1)。

5.3 去除水分：將含樣品之坩鍋放入烘箱內，以 105℃之溫度烘乾至重量變化不超過 0.01 g 之恆重（約 24 小時以上）後，取出加蓋，置於乾燥器內冷卻至少 45 分鐘，正確量稱 105℃烘乾後含樣品之附蓋坩鍋重(W_2)。

5.4 樣品灰化：將前項經 105℃烘乾後含樣品之坩鍋置入高溫灰化爐內以階段加溫的方式（如先在 250℃恆溫 2 小時，再緩慢升溫至 600℃，恆溫 4 小時）加熱灰化，待降溫至約 100℃後，取出加蓋，置於乾燥器內冷卻至少 45 分鐘，正確量稱灰化後含灰分之附蓋坩鍋重(W_3)。

6.結果處理

6.1 固態樣品有機質含量(%)（以去除水分之乾重計算）

$$=\frac{(W_2-W_3)}{(W_2-W_0)}\times 100$$

6.2 液態樣品有機質含量(%)（以包含水分含量之全量計算）

$$=\frac{(W_2-W_3)}{(W_1-W_0)}\times 100$$

W_0：附蓋坩鍋空重(g)

W_1：含樣品之附蓋坩鍋重(g)

W_2：105℃烘乾後含樣品之附蓋坩鍋重(g)

W_3：600℃灰化後含灰分之附蓋坩鍋重(g)

7.品質管制：

7.1 同「重複及查核樣品分析相關品質管制」。

7.2 實驗室應建立工作標準品，並以工作標準品作為品管樣品。

(五)有機質(方法編號 AFS2101-2)

1.適用範圍：登記含有機質之肥料中有機質含量之測定。

2.方法概要：將肥料樣品經裂解/燃燒產生二氧化碳後，使用非分散式紅外線檢測器(NDIR)檢測總有機碳含量，乘以轉換係數，計算有機質含量。

2.方法概要：將肥料樣品經裂解/燃燒產生二氧化碳後，使用非分散式紅外線檢測總有機碳含量，乘以轉換係數，計算有機質含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：自動控溫，附排氣設備，可維持溫度 70℃±2℃及 105℃±5℃者。

3.2 分析篩：35 mesh。

3.3 總有機碳分析儀：具高溫裂解/燃燒樣品產生二氧化碳，以非分散式紅外線（Non-Dispersion Infrared, NDIR）為偵測器。

3.4 精密天平：解析度 0.00001 g。

3.5 樣品杯：不銹鋼或陶瓷材質。

3.6 鑷子。

3.7 微量藥匙。

3.8 微量吸管 100 µL 及拋棄式吸管頭(tip)。

3.9 磨碎機、研磨器：可將樣品研磨至粒徑小於 0.5mm，且容易清理者。

3.10 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

4.試劑：試藥級葡萄糖。

5.步驟

5.1 總有機碳分析儀儀器設定：

5.1.1 依儀器操作說明進行分析儀器之組裝、測試、校正及操作。儀器使用前需調整至最佳的燃燒溫度，並觀察溫度變化以確保溫度之穩定性；並以品管樣品及真實樣品分別進行操作條件之準確度及精密度驗證後，始得進行樣品之檢測。

5.1.2 參考設定條件：

溫度：550℃、升溫速度 110℃/min。

氣體流量：氦氣 580 mL/min、氧氣 170 mL/min。

持溫時間：固態肥料樣品 360 秒、液態肥料樣品 720 秒。

5.2 樣品前處理：固態肥料樣品在 70℃下烘乾至恆重，以磨碎機磨碎，並通過 35 mesh 分析篩，再在 70℃下烘乾至恆重，移入乾燥器內，冷卻至室溫。液態肥料樣品無須烘乾，於取樣前須混合均勻。

5.3 儀器分析步驟

5.3.1 以精密天平分別秤取葡萄糖 1.0、2.5、5.0、10.0、20.0 mg，分別置於儀器的 5 個樣品杯中。標準品含量及實際稱樣量可依待測樣含量、儀器偵測極限及方法偵測極限自行調整。

5.3.2 依總有機碳分析儀操作程序分析 5.3.1 之葡萄糖標準品。分析結束後，由儀器軟體建立檢量線，其 R 值須達到 0.995 以上。

5.3.3 檢量線建立完成後，依樣品有機碳含量正確稱取 30.03-0.50 g 的肥料樣品置於樣品杯內，並依序輸入樣品名稱及重量，進行樣品分析。

6.結果處理

6.1 直接由儀器讀取樣品總有機碳含量。

6.2 將儀器所測得之總有機碳含量，乘以轉換係數，求得肥料有機質含量。

有機質含量(%)＝總有機碳含量(%)×轉換係數

總有機碳含量換算為有機質含量者，不得再換算為有機碳含量。

總有機碳(X)含量(%)	轉換係數	有機質含量(%)
X≦10.0	2.5	-
10.0＜X≦12.5	-	25
12.5＜X≦50	2	-
X＞50	-	100

轉換係數：總有機碳含量 10.0%以下者採用 2.5，12.5%以上者採用 2。

總有機碳含量 10.0%至 12.5%者，其有機質含量直接換算為 25.0%。

總有機碳含量 50.0%以上者，其有機質含量直接換算為 100.0%。

7.品質管制

7.1 同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

7.2 實驗室應建立工作標準品，並以工作標準品或標準參考物質作為品管樣品。

8.注意事項

8.1 碳酸鹽在高溫約 750℃亦可裂解產出二氧化碳，應妥善設定儀器燃燒溫度，避免造成碳酸鹽裂解。

8.2 可依總有機碳分析儀廠牌型號修改樣品量及測定條件，惟應符合品質管制。

(六)腐植酸(方法編號 AFS2102-1)

1.適用範圍：登記含腐植酸之肥料中腐植酸含量之測定。

2.方法概要：將肥料樣品以氫氧化鈉溶解，再以鹽酸沉澱，計算腐植酸含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：自動控溫，附排氣設備，可維持溫度 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.001 g。

3.3 振盪機。

3.4 離心機：轉速可設定，並可達 3000 rpm 者。

3.5 加蓋離心瓶：100 mL，PP 材質，能耐熱 120℃以上者。

3.6 硫酸乾燥器。

3.7 吸量管：10 mL、25 mL（球型及刻度吸管）。

3.8 定量瓶：1000 mL。

3.9 塑膠定量瓶：500 mL。

3.10 滴管。

3.11 研缽。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃鹽酸。

4.3 含 4%鹽酸界面活性劑溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，量取 100 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，再加入月桂硫酸鈉[Sodium laurylsulfate:$CH_3(CH_2)_{11}OSO_3Na$]0.5 g 後，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.4 含 0.04%鹽酸界面活性劑溶液：正確量取 10 mL 含 4%鹽酸界面活性劑溶液，以試劑水定量至 1000 mL。

4.5 6 N 鹽酸溶液：濃鹽酸及試劑水以體積比 1:1 混合。

4.6 0.25 N 氫氧化鈉溶液：稱取 5.00 g 氫氧化鈉（NaOH），置於 500 mL 塑膠燒杯內，加入約 400 mL 試劑水攪拌溶解，待冷卻至室溫，再倒入 500 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：取適量肥料樣品置於研缽內，充分研磨，混合均勻。

5.2 試樣液：

5.2.1 正確稱取 1.000 g（W，液態者直接稱取約 2.000 g），置於第 1 個 100 mL 離心瓶內，加入 50 mL 含 4%鹽酸界面活性劑溶液，搖動混合至不起泡。拴緊瓶蓋，放在振盪機上振盪混合 1 小時，以 3000 rpm 離心 20 分鐘後，以滴管吸取除去上層澄清液，接著加入 50 mL 含 0.04%鹽酸界面活性劑溶液，拴緊瓶蓋，激烈搖動混合 1 分鐘，以 3000 rpm 離心 20 分鐘後，再以滴管吸取除去上層澄清液。如此再重複操作 1 次。

5.2.2 於第 1 個 100 mL 離心瓶沉澱物中，加入 50 mL 0.25 N 氫氧化鈉溶液，栓緊瓶蓋，放入振盪機以 120 rpm 振搖 1 小時，然後重新栓緊瓶蓋，移入離心機，以 3000 rpm 離心 20 分鐘後，以滴管吸取上層澄清液至第 2 個 100 mL 離心瓶內。

5.2.3 重複 5.2.2 步驟 2 次，合併上層澄清液總量作為腐植酸萃取液。棄卻第 1 個離心瓶之沉澱物。

5.2.4 在第 2 個離心瓶內的合併萃取液中，加入約 9.5 mL 6 N 鹽酸溶液，調整 pH 值至≦1.0，若溶液 pH 值未小於 1，必須增加鹽酸用量，靜置 1 小時後，以 3000 rpm 離心 20 分鐘後，以滴管吸取上層澄清液，棄卻之。

5.2.5 於第 2 個離心瓶中，加入 50 mL 試劑水，栓緊瓶蓋激烈振搖 1 分鐘，以 3000 rpm 離心 20 分鐘後，以滴管吸取上層澄清液，棄卻之，重複此試劑水洗滌操作 2 次（若有較低分子之腐植酸存在，沉澱物因試劑水洗滌而溶解或浮起液面時，則改以 25 mL 含 0.04%鹽酸界面活性劑溶液洗滌 3 次）。

5.3 測定：

5.3.1 將 5.2.5 第 2 個離心瓶內沉澱物以試劑水洗入坩鍋中，移入烘箱，以 105 ℃烘乾至恆重(約 24 小時)，移入硫酸乾燥器內冷卻至室溫，正確稱重 (W_1)。

5.3.1 將上述盛有沉澱物的坩鍋移入高溫灰化爐內，再緩慢升溫至 600℃，恆溫 4 小時）加熱灰化，待降溫至約 100℃後，移入硫酸乾燥器內冷卻至室溫，正確稱重(W_2)。

6.結果處理

$$\text{樣品腐植酸含量(\%)} = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100$$

W：稱取樣品重(g)

W_1：烘乾後沉澱物及坩鍋重(g)

W_2：樣品灰分及坩鍋重(g)

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

有機質肥料有害成分（含登記有機質成分之肥料）

(一)砷(方法編號 AFS2290-1)

1.適用範圍：有機質肥料中砷含量之測定（感應耦合電漿原子發射光譜儀法）。

2.方法概要：肥料以硫酸、硝酸、過氯酸消解，將樣品中之砷轉變成五價砷，再以碘化鈉試劑將其還原成砷化氫(AsH_3)後，導入氫化物產生器，使三價砷與硼氫化鈉進行氫化反應，生成砷化氫，再經由氬氣載送導入感應耦合電漿原子放射光譜分析儀，於 193.695 nm 波長處測定其吸光度，進行定量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 70℃±2℃及 105℃±5℃者。

3.2 坩鍋或稱量瓶：附蓋，玻璃或陶瓷材質。

3.3 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

3.4 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.5 氫化物產生器。

3.6 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.7 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.8 蠕動幫浦：可調速度，輸送樣品、硼氫化鈉及標準液至氫化物產生器。

3.9 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20 mL、25 mL。

3.10 分析天平：解析度 0.001 g。

3.11 定量瓶：25 mL、50 mL、100 mL、200 mL、250 mL、500 mL、1000 mL。

3.12 錶玻璃。

3.13 高腳燒杯：150 mL。

3.14 分解管：100 mL。

3.15 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.16 分注器：50 mL、25 mL、10 mL。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硫酸。

4.3 濃硝酸。

4.4 濃過氯酸。

4.5 濃鹽酸。

4.6 10%碘化鈉溶液：正確稱取碘化鈉（NaI）10.0 g 溶於試劑水中，再定量至 100 mL。

4.7 1 M 氫氧化鈉溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 塑膠燒杯中，正確稱取氫氧化鈉（NaOH）40.0 g 邊攪拌邊倒入塑膠燒杯中，至完全溶解，待冷卻後，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.8 1%硼氫化鈉溶液：正確稱取硼氫化鈉（$NaHB_4$）1.0 g，溶解於 1 M 氫氧化鈉溶液，並配成 100 mL。每次使用前配製。

4.9 1000 mg/L 砷標準液：使用市售之 ICP 分析級標準液。

4.10 100 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

4.11 10.0 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 100 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑

水稀釋定量，其濃度為 10.0 mg/L。

4.12 1.0 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 10.0 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 1.0 mg/L。

4.13 0.1 mg/L 砷標準溶：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1.0 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 1.0 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：有機質肥料樣品在 70℃下烘乾至恆重，以磨碎機磨碎，並通過 35 mesh 篩網，再在 70℃下烘乾至恆重，移入乾燥器內，冷卻至室溫。

5.2 試樣液：

5.2.1 正確稱取樣品 2.000 g(液態者直接稱取)，置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 2.0 mL 濃硫酸、5.0 mL 濃硝酸及 20.0 mL 濃過氯酸後，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐或加熱板上（溫度為 120 至 150℃）。

5.2.2 加熱蒸發至產生過氯酸之白煙並接近乾涸，再追加 2.0 mL 濃硝酸及 2.0 mL 濃過氯酸，繼續加熱數小時，蒸發至產生過氯酸之白煙，並接近乾涸，放冷後加 30 mL 試劑水溶解。

5.2.3 冷却至室溫，移到 50 mL 定量瓶中，以試劑水定量，以濾紙過濾。

5.3 樣品溶液：正確量取 10.0 mL 試樣液，加入 25 mL 定量瓶中，再加入 5.5 mL 濃鹽酸及 0.5 mL 10%碘化鈉溶液，以試劑水定量，混勻靜置 1 小時。

5.4 測定

5.4.1 檢量線製作：正確量取 0、2.5、5.0、7.5 mL 0.1 mg/L 砷標準液及 1.5、3.0、4.5 mL 1.0 mg/L 砷標準液，分別加入 7 個 50 mL 定量瓶中，再加入 11.0 mL 濃鹽酸及 1.0 mL 10%碘化鈉溶液後，以試劑水稀釋定量，濃度分別為 0 mg/L、0.005 mg/L、0.010 mg/L、0.015 mg/L、0.030 mg/L、0.060 mg/L 及 0.090 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.4.2 依儀器操作說明，使用感應耦合電漿原子放射光譜儀於波長 193.695 nm 處測定砷的吸光度，由檢量線求得砷濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$\text{樣品砷含量(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V_1\times V_2\times f}{W\times V_3}$$

A：試樣液砷濃度(mg/L)

B：樣品空白溶液砷濃度(mg/L)

V_1：5.2.3 試樣液定量體積(50 mL)

V_2：5.3 樣品溶液最終定量體積(25 mL)

V_3：5.3 正確量取試樣液體積(10 mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項

8.1 譜線重疊：發生的原因有兩種，其一是基質元素與待分析元素的測定波長相同，而造成譜線完全重疊之干擾；另外一種情況則是當干擾元素與待分析元素的波長相近，且干擾元素濃度很高時，造成譜線變寬，而與待分析元素之

譜線產生部份重疊的干擾。此類型之干擾，可以藉由選擇元素之其他測定波長、使用干擾校正係數或儀器廠商所開發之電腦自動譜線干擾解析軟體來進行校正。

8.2 背景效應：由於電漿中離子或原子間的連續放射或結合放射等原因，導致背景之飄移變化，以致對待分析元素的測定譜線造成干擾。一般可利用背景校正法來作校正。

8.3 阻塞干擾：在分析過程中，因樣品溶液所含有的高濃度鹽類或懸浮微粒，會逐漸阻塞燄炬內管或霧化器，造成干擾效應。此類干擾可將基質稀釋或使用耐高鹽類的霧化器配合內徑較大的注入內管來避免。

8.4 記憶效應干擾：樣品中待分析元素或基質，由於元素特性或濃度太高之原因，導致樣品殘留於管路中，而對於下一個樣品的分析造成干擾。為避免此類干擾的發生，在分析流程中須對管路進行清洗，並分析空白溶液，以確認管路中待測元素的殘留是否已被清洗乾淨。

(二)砷(方法編號 AFS2291-1)

1.適用範圍：有機質肥料中砷含量之測定（原子吸收光譜儀法）。

2.方法概要：肥料以硫酸、硝酸、過氯酸消解，將樣品中之砷轉變成五價砷，再以碘化鉀試劑將其還原成砷化氫(AsH_3)後，導入氫化物產生器，使三價砷與硼氫化鈉進行氫化反應，生成砷化氫，再經由氮氣載送導入原子吸收光譜分析儀，於 193.7 nm 波長處測定其吸光度，進行定量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 70℃±2℃及 105℃±5℃者。

3.2 坩鍋或稱量瓶：附蓋，玻璃或陶瓷材質。

3.3 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

3.4 原子吸收光譜儀附有氫化物產生器之裝置。

3.5 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.6 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.7 蠕動幫浦：可調速度，輸送樣品、硼氫化鈉及標準液至氫化物產生器。

3.8 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20 mL、25 mL。

3.9 分析天平：解析度 0.001 g。

3.10 定量瓶：25 mL、50 mL、100 mL、200 mL、250 mL、500 mL、1000 mL。

3.11 錶玻璃。

3.12 高腳燒杯：150 mL。

3.13 分解管：100 mL。

3.14 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.15 分注器：50 mL、25 mL、10 mL。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硫酸。

4.3 濃硝酸。

4.4 濃過氯酸。

4.5 濃鹽酸。

4.6 10%碘化鉀溶液：正確稱取碘化鈉（KI）10.0 g 溶於試劑水中，再定量至 100 mL。

4.7 0.2 M 氫氧化鈉溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 塑膠燒杯中，正確稱取氫氧化鈉（NaOH）8.0 g 邊攪拌邊倒入塑膠燒杯中，至完全溶解，待冷卻後，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.8 0.1%硼氫化鈉溶液：正確稱取硼氫化鈉（$NaHB_4$）0.1 g，溶解於 0.2 M 氫氧化鈉溶液，並配成 100 mL。每次使用前配製。

4.9 5 M 鹽酸溶液：取約 60 mL 試劑水，加入 200 mL 定量瓶中，量取 83 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.10 1000 mg/L 砷標準液：使用市售之 ICP 分析級標準液。

4.11 100 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

4.12 10.0 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 100 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 10.0 mg/L。

4.13 1.0 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 10.0 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 1.0 mg/L。

4.14 0.1 mg/L 砷標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1.0 mg/L 砷標準液，加入定量瓶中，再加入 5.0 mL 濃鹽酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 1.0 mg/L。

5.步驟

5.1 樣品處理：有機質肥料樣品在 70℃下烘乾至恆重，以磨碎機磨碎，並通過 35 mesh 篩網，再在 70℃下烘乾至恆重，移入乾燥器內，冷卻至室溫。

5.2 試樣液：

5.2.1 正確稱取樣品 2.000 g(液態者直接稱取)，置於 100 mL 分解管或 150 mL 高腳燒杯中，加入 2.0 mL 濃硫酸、5.0 mL 濃硝酸及 20.0 mL 濃過氯酸後，蓋上分解管蓋或蓋上錶玻璃，置於高溫加熱分解爐或加熱板上（溫度為 120 至 150℃）。

5.2.2 加熱蒸發至產生過氯酸之白煙並接近乾涸，再追加 2.0 mL 濃硝酸及 2.0 mL 濃過氯酸，繼續加熱數小時，蒸發至產生過氯酸之白煙，並接近乾涸，放冷後加 30 mL 試劑水溶解。

5.3.3 冷却至室溫，移到 50 mL 定量瓶中，以試劑水定量，以濾紙過濾。

5.3 樣品溶液：正確量取 2.0 mL 試樣液，加入 25 mL 定量瓶中，再加入 5.5 mL 濃鹽酸及 2.5 mL 10%碘化鉀溶液，以試劑水定量，混勻靜置 1 小時。

5.4 測定

5.4.1 檢量線製作：正確量取 0、0.5、1.0、2.5、5.0、10.0 及 15.0 mL 0.1 mg/L 砷標準液，分別加入 7 個 50 mL 定量瓶中，再加入 11.0 mL 濃鹽酸及 5.0 mL 10%碘化鉀溶液後，以試劑水稀釋定量，濃度分別為 0 mg/L、0.001 mg/L、0.002 mg/L、0.005 mg/L、0.010 mg/L、0.020 mg/L 及 0.030 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.4.2 依儀器操作說明，使用原子吸收光譜分析儀於波長 193.7 nm 處測定砷的

吸光度，由檢量線求得砷濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

$$\text{樣品砷含量(mg/kg)} = \frac{(A-B)\times V_1\times V_2\times f}{W\times V_3}$$

A：試樣液砷濃度(mg/L)
B：樣品空白溶液砷濃度(mg/L)
V_1：5.2.3 試樣液定量體積(50 mL)
V_2：5.3 樣品溶液最終定量體積(25 mL)
V_3：5.3 正確量取試樣液體積(2.0 mL)
f：稀釋倍數
W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」

(三)汞(方法編號 AFS2292-1)

1.適用範圍：有機質肥料中汞含量之測定（熱分解汞齊原子吸收光譜法）。

2.方法概要：樣品置於可程式控制之分解爐（decomposition furnace）中，經乾燥及熱與化學分解，使汞從樣品中釋出，熱分解後之產物隨即被流動的空氣流載送到含金之汞齊器（amalgamator），其中汞即可被選擇性地捕集。此捕集系統續經空氣流沖洗，去除殘留氣體或分解產物後，接著快速升溫，以使汞蒸氣釋出。攜帶汞蒸氣的空氣流最後通過單一波長原子吸收光譜儀光徑上之吸收槽，由253.7 nm 波長之吸收值（波峰高度或面積）與汞標準量之函數關係，求得樣品中汞的濃度。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 70℃±2℃及 105℃±5℃者。

3.2 坩鍋或稱量瓶：附蓋，玻璃或陶瓷材質。

3.3 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

3.4 分析天平：解析度 0.0001 g。

3.5 汞分析系統：樣品導入裝置包含裝載固體與液體樣品之載樣船形容器（Sample boat）。樣品經手動或自動方式被裝入樣品之船形容器後，即可被自動化的機械裝置導入分解管。分解管是由兩個獨立溫控加熱分解爐與觸媒爐組成，每個爐可以至少維持到 750℃的能力。光譜箱以汞燈作為光源，偵測器連接到電腦取得資料並作分析。

3.6 汞齊器：系統由具有高表面積對體積比值之含金顆粒組成，目的是用來吸收汞蒸氣。

3.7 載樣船形容器：不會汞齊化且熱穩定性之陶瓷容器，可用來裝載傳送樣品作為熱分解用。

3.8 微量移液管：解析度 0.2 μL。

3.9 磨碎機。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的

準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硝酸。

4.3 1000 mg/L 汞標準液：正確稱取 0.1354 g 氯化汞，溶於 75 mL 試劑水，加 10 mL 濃硝酸，再以試劑水定量至 100 mL（1.0 mL＝1.0 mg Hg）。亦可使用市售之 1000 mg/L 汞標準液。

4.4 100 mg/L 汞標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 1000 mg/L 汞標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 100 mg/L。

4.5 10.0 mg/L 汞標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取 10.0 mL 100 mg/L 汞標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 10.0 mg/L。

4.6 1.0 mg/L 汞標準液：取適量試劑水，加入 100 mL 定量瓶中，正確量取汞 10.0 mL 10.0 mg/L 標準液，加入定量瓶中，再加入 0.5 mL 濃硝酸後，以試劑水稀釋定量，其濃度為 1.0 mg/L。

4.7 參考標準樣品：經確認汞含量之固體參考物質可作為檢量線校正用，代替汞標準液。

5.步驟

5.1 樣品處理：有機質肥料樣品在 70℃下烘乾至恆重，以磨碎機磨碎，並通過 35 mesh 篩網，再在 70℃下烘乾至恆重，移入乾燥器內，冷卻至室溫。

5.2 測定

5.2.1 檢量線製作：正確量取 0、20、40、60、80 及 100 µL 1.0 mg/L 汞標準液，置於 6 個載樣船形容器中，分別含 0、20、40、60、80 及 100 ng 汞。

5.2.2 樣品分析：依照汞分析儀器之使用手冊操作，正確稱取 5.1 已均質化固體樣品 0.0500～0.2000 g（液態者直接稱取），放入樣品船形容器。如為液態樣品，則取已知之樣品體積加到樣品船形容器裡。依據樣品的重量、水分含量及有機物的含量設定溫度及時間參數。

6.結果處理

$$樣品汞含量(mg/kg)＝\frac{(A-B)}{W}$$

A：樣品汞重量(ng)

B：樣品空白汞重量(ng)

W：稱取樣品重(mg)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項

8.1 本方法在汞污染的環境中操作，儀器的背景值會明顯的增加。

8.2 當分析一個高濃度樣品（≧400 ng）後，再分析低濃度樣品（≦25 ng）時，可能會發生記憶效應。降低記憶效應之作法，為在分析含有高、低濃度之批次樣品時，先分析低濃度之樣品。如果無法做到把批次之樣品高低濃度分

開，必須在分析高濃度樣品後，進行空白分析，且加長流洗時間，以減少記憶效應。

(四)鎘、鉻、銅、鎳、鉛、鋅(方法編號 AFS2293~8-1)

1.適用範圍：有機質肥料中重金屬鎘、鉻、銅、鎳、鉛及鋅含量之測定。

2.方法概要：有機質肥料經二酸（硝酸與過氯酸）分解後，利用感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測有機質肥料中重金屬鎘、鉻、銅、鎳、鉛及鋅含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 70℃±2℃及 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.0001 g。

3.3 高溫加熱分解爐：自動控溫，可維持溫度 180℃±5℃者。

3.4 火焰光度計。

3.5 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.6 分析篩：35 mesh。

3.7 坩鍋或稱量瓶：附蓋，玻璃或陶瓷材質。

3.8 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

3.9 分解管：100 mL。

3.10 定量瓶：50 mL、100 mL、200 mL、1000 mL。

3.11 吸量管：5 mL、10 mL（球型及刻度吸管）。

3.12 分注器：10 mL。

3.13 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.14 磨碎機：能避免重金屬鎘、鉻、銅、鎳、鉛及鋅污染之純鈦製刀具或相同功能之刀具。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 二酸分解液：濃硝酸及濃過氯酸以體積比 5：1 混合，貯存於棕色玻璃瓶中備用。

4.3 3 M 鹽酸溶液：取約 500 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確量取 250 mL 濃鹽酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

4.4 鎘、鉻、銅、鎳、鉛、鋅等 6 項重金屬 1000 mg/L 標準液：使用市售之 ICP 分析級標準液。

4.5 鎘、鉻、銅、鎳、鉛、鋅等 6 項重金屬 100 mg/L、10.0 mg/L、1.0 mg/L 標準液：以試劑水稀釋定量配製。

5.步驟

5.1 樣品處理：有機質肥料樣品在 70℃下烘乾至恆重，以磨碎機磨碎，並通過

35 mesh 篩網，再在 70℃下烘乾至恆重，移入乾燥器內，冷卻至室溫。

5.2 試樣液：

5.2.1 正確稱取樣品 0.400 g（液態者直接稱取），置於 100 mL 分解管中，加入二酸分解液 6.0 mL，混合均勻，靜置隔夜。

5.2.2 隔天將分解管置於高溫加熱分解爐中，緩慢加熱至 180℃，不可超過此溫度，持續加熱至澄清狀態。此步驟所需時間長短不一，少則 1 天，多則數天，需至澄清狀態才可；若無法達到澄清狀態，則至少需待分解管底部之殘餘物變白或變黃為止。

5.2.3 待分解完成後，取出放置冷卻，再加入 5 mL 3 M 鹽酸溶液，混合均勻後，再置於分解爐上加熱至 180℃，使棕色氣體消失為止。

5.2.4 完成分解處理後，取出放置冷卻，將分解管內澄清液倒入 50 mL 定量瓶中，以試劑水洗滌分解管多次，一起收集於定量瓶中，以試劑水定量，再以濾紙過濾。另對試藥作樣品空白試驗。

5.3 測定

5.3.1 檢量線製作：正確量取適量重金屬標準液，加入適當種類及體積酸液，使檢量線標準液與樣品分解液基質相近，配製各重金屬檢量線標準液。附表列出檢量線製作範例供參考，亦可依實驗室實際操作條件調整。

5.3.2 將配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製各重金屬濃度與訊號強度之檢量線。再進行試樣液及樣品空白溶液之測定。

附表、6 個 100 mL 定量瓶中各重金屬標準液取用濃度、量取體積及其最終濃度

元素	檢量線	空白	第一點	第二點	第三點	第四點	第五點
鎘	最終濃度(mg/L)	0	0.02	0.05	0.1	0.5	1
	取用濃度	0	1.0 mg/L			10.0 mg/L	
	量取體積	0	2 mL	5 mL	10 mL	5 mL	10 mL
鉻	最終濃度(mg/L)	0	0.5	1	2	3	4
	取用濃度	0	10.0 mg/L		100 mg/L		
	量取體積	0	5 mL	10 mL	2 mL	3 mL	4 mL
銅	最終濃度(mg/L)	0	0.5	2	4	8	16
	取用濃度	0	10.0 mg/L	100 mg/L			
	量取體積	0	5 mL	2 mL	4 mL	8 mL	16 mL
鎳	最終濃度(mg/L)	0	0.5	2	4	8	10
	取用濃度	0	10.0 mg/L	100 mg/L			
	量取體積	0	5 mL	2 mL	4 mL	8 mL	10 mL
鉛	最終濃度(mg/L)	0	0.5	2	4	8	16
	取用濃度	0	10.0 mg/L	100 mg/L			
	量取體積	0	5 mL	2 mL	4 mL	8 mL	16 mL

鋅	最終濃度(mg/L)	0	0.5	2	4	8	12
	取用濃度	0	10.0 mg/L	100 mg/L			
	量取體積	0	5 mL	2 mL	4 mL	8 mL	12 mL
在各定量瓶中皆加入 10 mL 3 M 鹽酸溶液，以試劑水定量至 100 mL							

6.結果處理

$$\text{樣品各重金屬含量(mg/kg)}= \frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

A：試樣液各重金屬濃度(mg/L)

B：樣品空白溶液各重金屬濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項

8.1 使用感應耦合電漿光譜儀進行樣品分析時，其分析結果常會受到許多干擾因素的影響，而導致誤差的產生。常見的干擾可分為兩類，分別為光譜性干擾及非光譜性干擾，其發生原因及解決方式請參考 ICP 操作手冊。

8.2 製作檢量線標準液時，應再添加適當種類和體積的酸液，以使該校正標準液與消化樣品之基質相近。可參見環保署公告之「感應耦合電漿原子發射光譜法(NIEA M104.01C)」。

8.3 檢量線的濃度範圍應力求適當，亦即其最高濃度不得超過檢量線性的上限濃度值。另亦需利用適當的品質管制樣品，來檢查所建立檢量線是否仍然適用。

8.4 將所配製之檢量線標準液倒入鐵氟龍、聚乙烯或聚丙烯材質製的瓶子中儲存。特別對低濃度者（＜1 mg/L），使用前必須確認其穩定狀態。當標準液保存超過有效期限，其濃度可能發生改變，此時必須重新予以配製。

有機質肥料限制事項（含登記有機質成分之肥料）

(一)水分(方法編號 AFS2901-1)

1.適用範圍：有機質肥料中水分之測定。

2.方法概要：在一定溫度及時間之條件下，測定有機質肥料烘乾後減少之重量，即為水分含量。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：自動控溫，附排氣設備，可維持溫度 105℃±5℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.01 g。

3.3 坩鍋或稱量瓶：附蓋，玻璃或陶瓷材質。

3.4 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

3.5 磨碎機。

4.試劑：無。

5.步驟

5.1 取乾淨附蓋坩鍋或稱量瓶置於烘箱內，以 105℃烘乾 4 小時，取出加蓋，置於乾燥器內冷卻至少 45 分鐘後，正確量稱附蓋坩鍋或稱量瓶空重(W_0)。稱取約 10 g 肥料置入坩鍋中，正確量稱含樣品之附蓋坩鍋或稱量瓶重(W_1)。

5.2 將含樣品之坩鍋或稱量瓶放入烘箱內，以 105℃之溫度烘乾至重量變化不超過 0.01 g 之恆重（約 24 小時以上）後，取出加蓋，置於乾燥器內冷卻至少 45 分鐘後，正確量稱烘乾後含樣品之附蓋坩鍋或稱量瓶重(W_2)。

6.結果處理

$$樣品水分含量(\%)= \frac{(W_1-W_2)}{(W_1-W_0)} \times 100$$

W_0：附蓋坩鍋或稱量瓶空重(g)

W_1：含樣品之附蓋坩鍋或稱量瓶重(g)

W_2：烘乾後含樣品之附蓋坩鍋或稱量瓶重(g)

7.品質管制：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

8.注意事項：可依樣品原料特性調整溫度及時間測定條件，惟應符合品質管制。

(二)鈉(方法編號 AFS2902-1)

1.適用範圍：有機質肥料中鈉含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取鈉，利用火焰光光度計或感應耦合電漿原子發射光譜儀檢測，計算鈉含量。

3.儀器與設備

3.1 分析天平：解析度 0.001g。

3.2 火焰光度計。

3.3 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.4 恆溫水浴振盪機。

3.5 三角瓶：250 mL。

3.6 定量瓶：100 mL、200 mL、250 mL、1000 mL。

3.7 吸量管：1 mL、5 mL、10 mL、20mL（球型及刻度吸管）。

3.8 分注器：10 mL。

3.9 分析篩：35 mesh。

3.10 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 70℃±2℃及 105℃±5℃者。

3.11 坩鍋或稱量瓶：附蓋，玻璃或陶瓷材質。

3.12 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

3.13 磨碎機。

3.14 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.15 硫酸乾燥器。

3.16 聚乙烯瓶：1000 mL。

3.17 塑膠燒杯：1000 mL。

3.18 塑膠定量瓶：1000 mL。

3.19 塑膠塞、石蠟膜。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等

級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 1000 mg/L 鈉標準液：將氯化鈉（NaCl）預先以 500～650℃加熱 40～50 分鐘後，置於硫酸乾燥器中放冷，正確稱取 2.5421 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量，儲存於聚乙烯瓶中。亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。

5.步驟

5.1 樣品處理：有機質肥料樣品在 70℃下烘乾至恆重，以磨碎機磨碎，並通過 35 mesh 篩網，再在 70℃下烘乾至恆重，移入乾燥器內，冷卻至室溫。

5.2 試樣液：正確稱取樣品 2.500 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 200 mL 試劑水，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 火焰光度計法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.6、3.2、4.8、6.4、8.0 及 9.6 mL 1000 mg/L 鈉標準液，分別加入 7 個 200 mL 定量瓶中，以試劑水稀釋定量，其濃度分別為 0、8、16、24、32、40、48 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以火焰光度計測定，繪製鈉濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以火焰光度計測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

5.4.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

(1)檢量線製作：正確量取 0、1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 及 20.0 mL 1000 mg/L 鈉標準液，分別加入 7 個 100 mL 定量瓶中，以試劑水稀釋定量，其濃度分別為 0、10.0、20.0、40.0、80.0、100.0 及 200.0 mg/L。亦可依實驗室實際操作條件調整。

(2)將上述配製之檢量線標準液以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定，繪製鈉濃度與訊號強度之檢量線。

(3)取適量試樣液，以感應耦合電漿原子發射光譜儀測定濃度，並對樣品空白溶液進行測定。

6.結果處理

6.1 火焰光光度計法：

$$\text{樣品鈉濃度(g/kg)} = \frac{(A-B)\times V\times f}{W\times 1000}$$

鈉含量(%)＝鈉濃度(g/kg)/10

A：試樣液鈉濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鈉濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

6.2 感應耦合電漿原子發射光譜儀法：

$$樣品鈉濃度(mg/kg)=\frac{(A-B)\times V\times 1000\times f}{W\times 1000}$$

鈉含量(%)＝鈉濃度(mg/kg)/10000

A：試樣液鈉濃度(mg/L)。

B：樣品空白溶液鈉濃度(mg/L)

V：試樣液定量體積(mL)

f：稀釋倍數

W：稱取樣品重(g)

7.品質管制：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(三)氯(方法編號 AFS2903-1)

1.適用範圍：有機質肥料中氯含量之測定。

2.方法概要：樣品以水萃取氯，與硝酸銀反應生成之氯化銀(AgCl)沉澱，或利用離子層析儀檢測，計算氯含量。

3.儀器與設備

3.1 天平：解析度 0.0001 g。

3.2 恆溫水浴振盪機。

3.3 加熱板：具有抗酸腐蝕表面及溫度調整之功能者。

3.4 定量瓶：100 mL、250 mL、1000 mL。

3.5 硫酸乾燥器。

3.6 聚乙烯瓶：1000 mL。

3.7 濾紙：Whatman No.42 或相同規格之濾紙。

3.8 滴定裝置。

3.9 分析篩：35 mesh。

3.10 烘箱：附排氣設備自動控溫，可維持溫度 70℃±2℃及 105℃±5℃者。

3.11 坩鍋或稱量瓶：附蓋，玻璃或陶瓷材質。

3.12 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

3.13 磨碎機。

3.14 三角瓶：250 mL。

3.15 塑膠燒杯：1000 mL。

3.16 塑膠定量瓶：1000 mL。

3.17 塑膠塞、石蠟膜。

3.18 離子層析儀（Ion Chromatography）：注入閥、樣品迴路、保護管、陰離子層析管、抑制裝置及電導度偵測器及數據處理設備。

3.19 濾膜：孔徑 0.45 µm。

4.試劑：所有試劑如未另有說明，必須是分析試藥級以上之等級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，干擾物最少，使檢測結果的準確度不致降低。

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 濃硝酸。

4.3 0.1 M 氯化鈉標準液：將氯化鈉（NaCl）預先以 500～650℃加熱 40～50 分鐘後，置於硫酸乾燥器中放冷，正確稱取 5.8443 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量，儲存於聚乙烯瓶中。亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。

4.4 0.l M 硫氰酸鉀標準液：正確稱取硫氰酸鉀（KSCN）9.72 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量。亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。

4.5 飽和鉻酸鉀溶液指示劑：以試劑水溶解鉻酸鉀（K_2CrO_4），作成飽和溶液。

4.6 硝酸(1＋2)溶液：濃硝酸及試劑水以體積比 1：2 混合。

4.7 硫酸鐵(III)銨溶液指示劑：稱取硫酸鐵(III)銨[$Fe_2(SO_4)_3(NH_4)_2SO_4 \cdot 24H_2O$] 10 g，以試劑水 100 mL 溶解，加入 30 mL 硝酸(1＋2)溶液後加熱微沸。

4.8 0.l M 硝酸銀標準液：稱取硝酸銀（$AgNO_3$）17 g，以試劑水溶解後，置於 1000 mL 定量瓶中，以試劑水定量，儲存於褐色瓶中。正確量取 25 mL 配製之硝酸銀標準液，加入 250 mL 三角瓶中，加 5 mL 試劑水及 l mL 硫酸鐵(III)銨溶液，利用 0.l M 硫氰酸鉀標準液滴定至呈現赤褐色時為滴定終點。標示硝酸銀之正確濃度。亦可使用市售之離子層析級標準液稀釋備用。

4.9 0.1 M 氫氧化鈉溶液：稱取氫氧化鈉（NaOH）4.00 g，置於 1000 mL 塑膠燒杯內，加入約 900 mL 試劑水攪拌溶解，待冷卻至室溫，再倒入 1000 mL 塑膠定量瓶中，以試劑水定量。

4.10 0.1 M 硝酸溶液：取約 600 mL 試劑水，加入 1000 mL 定量瓶中，正確量取 7.1 mL 濃硝酸，加入定量瓶中，混合均勻，加試劑水至近刻度，待冷卻至室溫，以試劑水定量。

5.步驟

5.1 樣品處理：有機質肥料樣品在 70℃下烘乾至恆重，以磨碎機磨碎，並通過 35 mesh 篩網，再在 70℃下烘乾至恆重，移入乾燥器內，冷卻至室溫。

5.2 試樣液：正確稱取樣品 2.500 g（液態者直接稱取），置於 250 mL 三角瓶內，加入 200 mL 試劑水，加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，在 30℃水浴中，以每分鐘迴轉 30～40 次之恆溫水浴振盪機振盪 30 分鐘，冷卻至室溫，以試劑水洗滌移入 250 mL 定量瓶中定量後，立即以濾紙過濾。

5.3 測定：

5.3.1 氯化銀反應法：

(1)正確量取試樣液 50～100 mL（以含氯計 5～100 mg）置於 250 mL 三角瓶內，加入 5 mL 0.1 M 硝酸，再加入硝酸銀標準液（依反應當量多加 2～5 mL）及 3 mL 硝基苯（Nitrobenzene），加塑膠塞或以石蠟膜封瓶口後，激烈搖動混合使沉澱凝結成海棉狀。

(2)打開塑膠塞或石蠟膜以試劑水洗滌之，加入 l mL 硫酸鐵(III)銨溶液指示劑，以 0.l M 硫氰酸鉀標準液反滴定剩餘之硝酸銀，滴定至呈淡赤褐色為終點。

5.3.2 離子層析儀法：依實驗室實際操作條件製作檢量線及測定。

6.結果處理

6.1 氯化銀反應法：

$$樣品氯含量(\%) = \frac{A \times M \times 3.545 \times 100 - V \times 3.545 \times 100}{W \times 1000}$$

1 mL 0.1 M 硝酸銀標準液含有 3.545 mg Cl
A：標準硝酸銀溶液體積(mL)
M：標準硝酸銀溶液濃度(M)
V：硝酸銀標準液滴定體積(mL)
W：稱取樣品重(g)

6.2 離子層析儀法：依實驗室實際操作條件計算樣品氯含量(%)。

7.品質管制：

7.1 氯化銀反應法：同「空白、重複及查核樣品分析相關品質管制」。

7.2 離子層析儀法：同「檢量線、查核溶液及樣品分析相關品質管制」。

(四) pH 值(方法編號 AFS2904-1)

1.適用範圍：有機質肥料 pH 值之測定。

2.方法概要：固態有機質肥料樣品及試劑水以重量比 1：10 混合均勻，利用 pH 測定儀測定樣品混合液之 pH 值；液態則直接利用 pH 測定儀測定之。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：自動控溫，附排氣設備，可維持溫度 70℃±2℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.01 g。

3.3 pH 測定儀：具有自動溫度補償功能，可讀至 0.01。

3.4 標準溫度計：刻度 0.1℃。

3.5 分注器：50 mL。

3.6 玻棒。

3.7 塑膠燒杯：100 mL。

3.8 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

3.9 磨碎機。

4.試劑

4.1 試劑水：電阻應大於 18 MΩ-cm。

4.2 標準緩衝液（pH 1、4、7、10、13）：市售緩衝溶液。

4.3 工作緩衝溶液：由標準緩衝液分裝之工作緩衝溶液，標示分裝日期及使用期限（分裝後 7 天）。

5.步驟

5.1 儀器查核：pH 測定儀以 pH 4、7、10 標準緩衝液校正，若樣品測值超出此範圍者，則再以 pH 1 或 pH 13 標準緩衝液校正。取適量緩衝溶液於燒杯中，依儀器操作手冊校正步驟進行校正。再以另一來源標準緩衝液（工作緩衝溶液），查核其 pH 值。pH 測定儀之溫度探棒應每 3 個月以標準溫度計進行校正，誤差不大於±0.5℃，並記錄之。

5.2 固態樣品製備及 pH 值測定：有機質肥料樣品在 70℃下烘乾至恆重，以磨碎機磨碎，並通過 35 mesh 篩網，再在 70℃下烘乾 4 小時，移入乾燥器內冷卻至室溫，正確稱取樣品 5.00 g，置於 100 mL 燒杯內，加入 50 mL 試劑水，以玻棒攪拌均勻後，靜置 60 分鐘，其間攪拌 2-3 次，測定前再行攪拌，以 pH 測定儀測定。

5.3 液態樣品製備及 pH 值測定：測定前先將樣品充分混合搖勻，倒取約 50 mL 置於 100 mL 塑膠燒杯中，再以 pH 測定儀測定。

6.結果處理：讀取 pH 值，並記錄之。

7.品質管制

7.1 同「重複樣品分析相關品質管制」。

7.2 每批樣品量測前必須以標準緩衝液查核；連續量測 10 個樣品後，須再量測查核液確保穩定度，其測值±0.05 視為符合品質管制。

7.3 校正參數須符合零電位 pH 值：6.5～7.45、斜率：-56～-61（mV/pH）。

8.注意事項

8.1 樣品 pH 值太高或太低均容易造成測定值的誤差，當樣品 pH 值大於 10 時，測定值容易偏低，可用低鈉誤差（Low-sodium-error）電極來降低誤差。樣品 pH 值小於 1 時，則測定值容易偏高。

8.2 溫度對 pH 測定之影響：pH 測定儀之電極電位輸出隨溫度而改變，可由溫度補償裝置校正；水解離常數及電解質之離子平衡隨溫度而異，樣品 pH 值因而改變，故測定時應同時記錄水溫。

8.3 當電極被雜質披覆時，將造成測定誤差。如電極被油脂類物質披覆而不易沖洗掉，可以(1)使用超音波洗淨機洗淨、(2)用清潔劑洗淨後再用清水沖洗數次，使電極底部三分之一部份浸泡於 1：10 鹽酸溶液中，最後再用水完全潤溼、(3)依製造廠商之說明清洗。

(五)電導度值(方法編號 AFS2905-1)

1.適用範圍：有機質肥料電導度值之測定。

2.方法概要：固態有機質肥料樣品及試劑水以重量比 1：10 混合均勻，以真空抽取過濾，用電導度計測定濾液之電導度(EC)值；液態則直接用電導度計測定之。

3.儀器與設備

3.1 烘箱：自動控溫，附排氣設備，可維持溫度 70℃±2℃者。

3.2 分析天平：解析度 0.01 g。

3.3 真空幫浦。

3.4 電導度計：附溫度補償功能。

3.5 玻棒。

3.6 塑膠燒杯：100 mL。

3.7 分注器：50 mL。

3.8 濾紙：Whatman No.1 或相同規格之濾紙。

3.9 抽氣瓶：500 mL。

3.10 抽氣漏斗。

3.11 玻璃平底試管。

3.12 乾燥器：內部放置之乾燥劑使用無水氯化鈣或樹脂。

3.13 磨碎機。

4.試劑

4.1 試劑水：電阻大於等於 18 MΩ-cm 之純水。

4.2 0.01 N 氯化鉀標準液：市售電導度標準液。

5.步驟

5.1 儀器查核：取適量 0.01 N 氯化鉀標準液，加入燒杯中，依儀器操作手冊校正步驟進行校正。再以另一來源 0.01 N 氯化鉀標準液，查核其 EC 值。

5.2 固態樣品製備及 EC 值測定：有機質肥料樣品在 70℃下烘乾至恆重，以磨碎機磨碎，並通過 35 mesh 篩網，再在 70℃下烘乾 4 小時，移入乾燥器內冷卻至室溫，正確稱取樣品 5.00 g，置於 100 mL 塑膠燒杯內，加入 50 mL 試劑水，以玻棒攪拌均勻後，靜置 60 分鐘，其間攪拌 2-3 次。將樣品倒入已放

置濾紙之抽氣漏斗中，利用真空幫浦抽氣收集濾液於抽氣瓶內。如濾液有混濁現象，需再重新過濾。將所抽出之濾液倒入玻璃平底試管中，再以電導度計測定之。

5.3 液態樣品製備及 EC 值測定：測定前先將樣品充分混合搖勻，倒取適量約 50.0 mL 置於 100 mL 塑膠燒杯中，再以電導度計測定之。

6.結果處理：讀取 EC 值，並記錄之。

7.品質管制

7.1 同「重複樣品分析相關品質管制」。

7.2 每批樣品量測前必須先以標準液進行儀器查核；連續量測 10 個樣品後，須再量測查核液確保穩定度，其測值±2%視為符合品質管制。

8.注意事項：電極上附著不潔物時，會造成測定時之誤差，故電極表面需經常依電導度計操作手冊進行清洗以保持乾淨，並且使用前需用 0.01 N 氯化鉀標準液查核之。

(六)碳氮比(方法編號 AFS2906-1)

1.適用範圍：有機質肥料碳氮比之計算。

2.檢驗方法：

2.1 全氮含量之測定：依照全氮(方法編號 AFS2110-1)。

2.2 有機質含量之測定：依照有機質(方法編號 AFS2101-1、AFS2101-2)。

3.計算方式：樣品碳氮比(C/N)＝ $\frac{\text{有機碳含量(\%)}}{\text{全氮含量(\%)}}$

方法編號 AFS2101-1：有機碳含量(%)＝有機質含量(%)×轉換係數

轉換係數：一般狀況可採用 0.5，若逢臨界爭議時，則在 0.4、0.6 中擇有利係數使用。

方法編號 AFS2101-2：有機碳含量(%)＝總有機碳含量(%)

微生物肥料主成分

(一)豆科根瘤菌(方法編號 AFS3181-1)

1.適用範圍：豆科根瘤菌肥料中根瘤菌有效活菌數及共生固氮活性之測定。

2.用語釋義

2.1 豆科：豆科類植物。

2.2 根瘤菌（Rhizobia）：係指可誘發豆科作物根部產生瘤狀物，並具固氮活性；可將氮氣轉化成銨態氮之微生物。

3.儀器與設備

3.1 高壓滅菌器：滅菌溫度可達 121℃（約 15 lb/in^2 或 1kg/cm^2）並能維持 15 分鐘以上者。

3.2 冰箱：恆溫 4℃±1℃。

3.3 有蓋試管：18 mm×150 mm。

3.4 恆溫振盪培養箱：能維持內部溫差範圍±1.0℃以內者，且具往復式或迴轉式振盪器，用於稀釋瓶振盪及微生物生長之培養。

3.5 微量吸量管(Pipetman)及微量吸管尖(tip)：0.1 mL、1 mL、10 mL。

3.6 培養皿：直徑 9 cm。

3.7 玻璃塗抹棒：直徑 3 mm 圓玻棒，前端彎曲成三角形，邊寬 40～50 mm。

3.8 無菌操作台。

3.9 滅菌之長鑷子。

3.10 栽培瓶：125 mL、200 mL 或 250 mL 三角瓶，或其他適合之容器。

3.11 栽培介質：4 號蛭石（粒徑 3～6 mm）、泥炭或其他栽培介質。

3.12 鋁箔紙。

3.13 無菌塑膠袋：長度 15～20 cm，寬度 10 cm。

3.14 三角瓶：125 mL、250 mL、500 mL。

3.15 附血清塞三角瓶：125 mL，供乙炔還原反應之三角瓶使用，瓶內體積必須預先測定。

3.16 生長箱：28℃±1℃，具 49 µmol/ms（2500 lux）之日光燈（或植物燈）照射。

3.17 放大鏡：手執式，放大倍率為 10 倍。

3.18 定量瓶：100 mL。

3.19 氣相層析儀／火焰離子偵測器（Gas chromatograph/Flame ionization detector; GC/FID）。

3.20 管柱（Column）：不銹鋼管柱，長度 180 cm，內徑 6 mm，內填 80～100 mesh 之 Porapak Q。

3.21 注射筒：20 mL、1 mL、附 23 G 號針頭，以氣閉式注射筒為宜。樣品若固氮活性較低，則使用玻璃注射筒，因塑膠注射筒會吸附乙烯，造成分析誤差。

3.22 電子天平。

3.23 水浴槽。

3.24 菌落計數器。

3.25 試管混合器。

3.26 酸鹼度計：附一般電極及平面電極。

3.27 接種用白金針或白金耳或丟棄式接種環（disposable inoculation loop）。

4.試藥液製備

4.1 酵母萃取物甘露醇瓊脂培養基（Yeast extract mannitol agar，簡稱 YEMA）

甘露醇（Mannitol）	10 g
磷酸氫二鉀（K_2HPO_4）(1)	0.5 g
硫酸鎂（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$）	0.2 g
氯化鈉（NaCl）	0.1 g
酵母萃取物（Yeast extract）	0.5 g
碳酸鈣（$CaCO_3$）	0.01 g
瓊脂（Agar）	15 g
0.25%剛果紅（Congo red）(2)	10 mL
蒸餾水（Distilled water）	加至 1000 mL

調整 pH 值至（7.0±0.1）後，再於 121℃下滅菌 15 分鐘。需於無菌操作台中傾皿，且每 100 mL 培養液加入 1 mL 剛果紅，搖勻後使用。

備考：若 YEMA 之組成不含瓊脂，稱之酵母萃取物甘露醇培養基（Yeast extract mannitol，簡稱 YEM）。

註(1) K_2HPO_4 應與其他成分分別殺菌。傾皿前，培養基溫度需降至 45℃。

(2) 0.25%剛果紅需單獨滅菌。

4.2 稀釋液：生理食鹽水，將 8.5 g NaCl 溶解於蒸餾水中，然後稀釋定量成 1 L 後，在 121℃下，滅菌 15 分鐘，冷卻至室溫備用。

4.3 滅菌水。

4.4 豆科種子：發芽率須達 85%以上。

4.5 75%及 95%酒精。

4.6 1%次氯酸鈉（NaClO）：使用前，以滅菌水配製。

4.7 5%氯胺-T（Chloramine-T）：使用前，以滅菌水配製。

4.8 濃硫酸。

4.9 乙烯標準品：需取濃度已經確認之標準品，供製作標準曲線使用。常用純度為 99.5%以上。

4.10 乙炔氣（C_2H_2）：由電石加水生成，存集氣瓶中，或由商用乙炔氣經濃硫酸、3 M 氫氧化鈉及水洗滌後供試。

4.11 豆科作物營養液

蔗糖（sucrose）	10 g
硫酸鉀（K_2SO_4）	0.88 g
硫酸鎂（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$）	0.12 g
硫酸鈣（$CaSO_4$）	0.34 g
氯化鈷（$CoCl_2$）	0.125 mg
鐵鹽溶液（EDTA-Fe：1.64 ％(w/v)）	0.016 g
磷酸二氫鈉（NaH_2PO_4）	0.11 g
磷酸氫二鈉（Na_2HPO_4）	0.17 g
微量元素液(3)	1.0 mL
蒸餾水	加至 1000 mL

必須調整 pH 值為 6.5～7.0。

註(3)每 1 公升微量元素液含 3.73 g 氯化鉀（KCl）、1.55 g 硼酸（H_3BO_3）、0.85 g 硫酸錳（$MnSO_4 \cdot H_2O$）、0.13 g 硫酸銅（$CuSO_4 \cdot 5H_2O$）、0.018 g 鉬酸銨（$(NH_4)_6Mo_7O_4 \cdot 4H_2O$）及 0.58 g 硫酸鋅（$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$）。

5.測定方法：利用十倍連續稀釋（ten fold dilution series）與平板測數法（plate counting technique）計算豆科根瘤菌肥料所含菌數，並以乙炔還原法測定根瘤的固氮活性。

5.1 樣品貯存：樣品運抵檢驗單位後，立即貯存於 4℃±1℃之冰箱或依送樣者指定之樣品保存方式貯存，且必須於 3 天內進行菌數與固氮活性測定。

5.2 菌數

5.2.1 檢液調製

(1)取 10 mL 或 10 g 樣品，加入 90 mL 稀釋液中，即為 10 倍稀釋檢液（亦稱 10^{-1} 稀釋度檢液）。

(2)將內含 10 倍稀釋檢液之稀釋瓶置於往復式振盪器上，以 100 rpm 轉速及 3～4 cm 之振幅振盪 20 分鐘，使其混合均勻。如為迴轉式振盪器，轉速至少須為 150～200 rpm，振盪時間為 20 分鐘。

(3)振盪後，以滅菌之 1 mL 微量吸量管取 1 mL 之 10 倍稀釋檢液，移入 9 mL

稀釋液中，並振盪均勻，即為 10^2 倍稀釋檢液（亦稱 10^{-2} 稀釋度檢液），依序稀釋至所需稀釋度。

備考：上述稀釋程序需注意下列事項。

(A)將稀釋檢液放入稀釋液時，需置放在瓶（管）內一側，再吸取另一側尚未混入稀釋檢液之稀釋液，將微量吸管尖內壁所殘留之菌液，洗入同一瓶（管），本步驟需重覆 3 次。

(B)每支稀釋所用之微量吸管尖，只能用一次。

(C)各稀釋瓶預先標示稀釋度與樣品代號。

(D)已稀釋及未稀釋之稀釋瓶應分兩邊放置，避免重複稀釋。

(E)經稀釋之樣品應立即培養。

(F)本操作需製作可於該培養基上生長之菌株作為陽性對照組、確認無菌稀釋液是否污染之試劑空白對照組以及確認操作過程是否有污染疑慮之操作空白對照組。

(4)依每一樣品需至少準備 7 種連續稀釋度，且每一稀釋度需做三重複測試，估算所需之培養皿及培養基數量。

(5)各培養皿應標示樣品代號、稀釋度、培養日期及培養基名稱。

5.2.2 培養程序

(1)取 0.1 mL 適當稀釋度之檢液[(4)]置於培養基表面中央處（若預估菌液之活菌數為 10^9 CFU/mL，則採用 10^1～10^7 倍稀釋檢液；依此類推），立即取滅菌之玻璃塗抹棒，將菌液均勻塗抹在培養基表面。

註[(4)]視培養基表面濕潤程度，菌液量可取 0.2 mL、0.5 mL 或 1 mL。

(2)確認培養基表面無菌液流動後，將培養皿倒置於恆溫振盪培養箱內培養，分別於第 3 天、第 7 天、第 14 天及第 28 天，選擇每皿菌落數在 25～250 之稀釋度計算菌落數，記錄之；若各稀釋倍數之菌落數均小於 25 個時，則仍要選取可計數稀釋度之全部重複來計算；而若平板中菌落數大於 250 個時亦然。結果以科學記號表示之，取個位整數，其下一位四捨五入。

備考：菌種確認方式為根瘤菌之菌落外觀隆起，且呈現光澤感，色澤為乳白色或淡紅色。

5.3 根瘤菌共生固氮活性

5.3.1 種子滅菌

(1)挑選顆粒大小均一之豆科種子（依菌種特性擇定豆種）。

(2)種子滅菌方式有下述 2 種，可擇一使用：

(A)取適當之 95%酒精，將種子完全浸入，輕輕轉動 2～3 分鐘，然後倒掉酒精。取適量之 5%氯胺-T，將種子完全浸入，輕搖 2～5 分鐘，若為大顆且厚皮的種子，則浸泡時間可酌量延長。倒掉氯胺-T，以滅菌水清洗約 10 次，每次均需輕搖 2～3 分鐘，以除去種皮殘存之氯胺-T，以完成滅菌程序。

(B)取適當之 75%之酒精，將種子完全浸入，輕輕轉動 2 分鐘～3 分鐘，然後倒掉酒精，完成第一道滅菌程序。取適量之 1%次氯酸鈉，將種子完全浸入，輕搖 3～5 分鐘，若為大顆且厚皮之種子，則浸泡時間可酌量延長。倒掉 1%次氯酸鈉，完成第二道滅菌程序（花生種子在此步驟推薦使用 6% H_2O_2）。再加入適量之 75%酒精，將種子完全浸入，輕輕轉動 3 分鐘，然後倒掉酒精，完成第三道滅菌程序。以滅菌

水清洗約 10 次，每次均需輕搖 2～3 分鐘，以除去種皮殘存之 1%次氯酸鈉與酒精，完成消毒。

(3)若選取之種子為銀合歡種子，可先以濃硫酸浸潤 3 分鐘後，再以滅菌水清洗至種皮無酸性殘留。

(4)若選取之種子為三葉草等小型種子，可將種子分散排在 YEMA 平面，促進種子發芽，並觀察種子殺菌的效果。通常培養皿置於暗處，在 28℃下培養 1～3 天，待芽尖外露，即可供種植。挑選發芽種子時，應以手持式放大鏡，觀察種子四周是否有菌落生成，切勿使用被菌污染之種子。

(5)若選取種子為花生、大豆及敏豆等大型種子，則取一顆種子置入 YEM 之培養液中然後傾斜置入暗室，務必使種子二分之一以上之表面積露出培養液，在 28℃下培養 1～3 天，待種子發芽，再挑選培養液呈現清澈之試管內的種子，因培養液呈現混濁，表示種皮滅菌不完全，應棄之勿用。（另外亦可使用 YEMA 平面促進種子發芽，並觀察種子殺菌之效果。）

5.3.2 種子接種與種植

(1)在無菌操作台操作，將已發芽且未遭受污染之種子，於無菌狀況下，移入稀釋檢液中浸泡或將其直接包埋於固態菌劑中。視種子顆粒大小，以經滅菌之長鑷子，於栽培瓶口之栽培介質中挖種植穴，深度約 1～2 cm。將經浸泡稀釋檢液或包埋於固態菌劑中 1 小時，且已發芽之種子，以芽尖朝下方向，移入栽培瓶內。種植若為大型種子，每瓶放置 1 顆；小型種子則可放置 3～5 顆。於種子上加入 1～2 mL 稀釋檢液或約 1 g 固態菌劑，再回填栽培介質。瓶口仍以鋁箔紙覆蓋，接著移入生長箱，於 25～35℃環境下生長 4～7 天（生長天數視種子種類而調整，每天觀察子葉冒出情況）。

(2)待子葉冒出栽培介質後，以無菌塑膠袋倒扣瓶口，並用橡皮圈鬆鬆束縛瓶口，需留少許空隙以利空氣流通。瓶外並以鋁箔紙包覆，以防藻類生長。

(3)栽培期間，需每 1～2 周加入 20 mL 水，以補充蒸散水分。栽培時間約 3～8 周，待根瘤生成後，即可採植株全根系（包括根瘤），並依 5.3.3 乙炔還原法測定固氮活性。

(4)將植株全根系取出後，測量根瘤重量及計算有效根瘤數。有效根瘤數係指根瘤內部呈現紅色者。

5.3.3 乙炔還原法

(1)先將植株置於日光燈下，測定前，先剪除植株根部以上部位，再將待測植株全根系置入 125 mL 三角瓶中，所占體積最好低於 1/10 三角瓶容積，勿超過 1/5 三角瓶容積。

(2)以血清塞緊塞三角瓶口，確認瓶口為密閉。

(3)以 20 mL 注射筒，從三角瓶內抽取 12～15 mL（約為 1/10 三角瓶容積）空氣。

(4)以 20 mL 注射筒，從乙炔貯存瓶內抽取 15～18 mL 之純化乙炔，注入裝植株全根系之栽培瓶中，抽取量需比 5.3.3(3)所抽取之空氣量多。注入前，先將乙炔排擠成 12～15 mL 後，再立即注入。同時須製作不添加植株全根系之對照組。

(5)將栽培瓶於室溫下靜置 1 小時後，以 1 mL 注射筒，由瓶中抽取 1.0 mL 氣體，先排除部分氣體，再精確注入 0.5 mL 至氣相層析儀之管柱內，記

錄器出現之第一個波峰為乙烯，再者為乙炔。

(6)儀器分析條件

－層析溫度：65℃。

－注入器溫度：100℃。

－氮氣流速：40 mL/min。

－空氣 400 mL/min。

－氫氣 40 mL/min。

－靈敏度（Sensitivity）10^2 MΩ。

(7)為簡化計算，依乙烯波峰面積估計樣品固氮活性，同時以乙炔波峰高度，判斷處理過程是否發生嚴重誤差。因為在相同測定條件下，乙炔波峰高度與面積大致相同，若明顯變小，代表測定過程發生漏氣等問題。

5.3.4 標準曲線製作

(1)於 100 mL 量瓶中，加入玻璃珠，直至瓶口加上血清塞後，瓶內總體積為 100 mL。以注射筒注入 1 mL 乙烯標準品，充分混合後濃度即為 10 μL/mL。配製濃度為 1～1×10^{-4} μL/mL 之乙烯標準品。

(2)豆科根瘤菌固氮活性之測定，使用濃度為 10^{-1} μL/mL。

(3)取不同濃度乙烯各 0.5 mL 注入氣相層析儀中，進行層析。

(4)測豆科作物時，標準乙烯波峰，常以 10^{-1} μL/mL 之乙烯濃度來繪製；即分別取 0.2～2.0 mL 之 10^{-1} μL/mL 稀釋氣體注入氣相層析儀中，依結果繪製標準曲線。

(5)如測定條件均一致，則每測 10 個樣品，需取 1 mL 10^{-1} μL/mL 之標準乙烯氣體，並注射 0.5 mL 供查核用。

6.結果處理

6.1 菌數 $N = \dfrac{\overline{\mathrm{N}}\times \mathrm{X}}{\mathrm{V}}$

N：菌數（CFU/g 或 CFU/mL）

$\overline{\mathrm{N}}$：平均菌數（CFU/皿）

X：稀釋倍率

V：稀釋菌液量（g/皿或 mL/皿）

備考：CFU（Colony forming unit）指菌落形成數。

例如：取 0.2 mL 10^6 倍稀釋檢液之培養皿，測得豆科根瘤菌肥料菌數三重複平均值為 125，依上式可求出菌數(N)為 6.25×10^8（CFU/g 或 CFU/mL）；代表每克或每毫升肥料菌數為 6×10^8 CFU。

$$N = \frac{125\times10^6}{0.2} = 6.25\times10^8$$

6.2 根瘤菌共生固氮活性

6.2.1 計算：$C = C_1 \times \dfrac{A}{A_1}$

C：檢液中乙烯濃度(μL/mL)

C_1：乙烯標準濃度(μL/mL)

A：檢液波峰面積(cm^2)

A_1：乙烯標準濃度波峰面積(cm^2)

6.2.2 測得三角瓶混合氣體乙烯 0.025 μL/mL，乘以三角瓶實際體積（三角瓶瓶內體積預先測定，減掉樣品體積，本方法約 120 mL），可求得每瓶檢液

產生乙烯量為 0.025 μL/mL×120 mL/瓶＝3.0 μL/瓶。

6.2.3 上式亦須考量時間因子；例如培養 0.5 小時，則 6.2.2 所得值須乘以 2。本方法培養時間為 1 小時，則不需考量；即每瓶檢液產生乙烯量為 3.0 μL/(瓶×小時)。

6.2.4 25℃時，1 莫耳（mol）氣體體積為 24.5 L，則 1 微莫耳（μmol）氣體體積為 24.5 μL。可知 3.0 μL/(瓶×小時)之乙烯量亦為 0.122 μmol/(瓶×小時)。則該瓶植株全根系之豆科根瘤菌肥料固氮活性每小時生成量為 0.122 μmol 乙烯。

(二)游離固氮菌(方法編號 AFS3182-1)

1.適用範圍：游離固氮菌肥料中游離固氮菌有效活菌數及游離固氮活性之測定。

2.用語釋義：游離固氮菌係具將氮氣轉化成銨態氮，且不需經共生方式固氮之微生物；如固氮菌（*Azotobacter* spp.）、氮單孢菌（*Azomonas* spp.）及拜氏菌（*Beijerinckia* spp.）。

3.儀器與設備

3.1 高壓滅菌器：滅菌溫度可達 121℃（約 15 lb/in^2 或 1kg/cm^2）並能維持 15 分鐘以上者。

3.2 冰箱：恆溫 4℃±1℃。

3.3 有蓋試管：18 mm×150 mm。

3.4 恆溫振盪培養箱：能維持內部溫差範圍±1.0℃以內者，且具往復式或迴轉式振盪器，用於稀釋瓶振盪及微生物生長之培養。

3.5 微量吸量管(Pipetman)及微量吸管尖(tip)：0.1 mL、1 mL、10 mL。

3.6 培養皿：直徑 9 cm。

3.7 玻璃塗抹棒：直徑 3 mm 圓玻棒，前端彎曲成三角形，邊寬 40～50 mm。

3.8 無菌操作台。

3.9 三角瓶：250 mL、500 mL。

3.10 附血清塞三角瓶：125 mL，供乙炔還原反應之三角瓶使用，瓶內體積必須預先測定。

3.11 生長箱：28℃±1℃，具 49 μmol/ms（2500 lux）之日光燈（或植物燈）照射。

3.12 定量瓶：100 mL。

3.13 氣相層析儀／火焰離子偵測器（Gas chromatograph/Flame ionization detector; GC/FID）。

3.14 管柱（Column）：不銹鋼管柱，長度 180 cm，內徑 6 mm，內填 80～100 mesh 之 Porapak Q。

3.15 注射筒：20 mL、1 mL、附 23 G 號針頭，以氣閉式注射筒為宜。樣品若固氮活性較低，則使用玻璃注射筒，因塑膠注射筒會吸附乙烯，造成分析誤差。

3.16 電子天平。

3.17 水浴槽。

3.18 菌落計數器。

3.19 試管混合器。

3.20 酸鹼度計：附一般電極及平面電極。

3.21 接種用白金針或白金耳或丟棄式接種環（disposable inoculation loop）。

4.試藥液製備

4.1 固氮菌瓊脂培養基（*Azotobacter* agar）及氮單胞菌瓊脂培養基（*Azomonas* agar）：菌數計算依 5.2.1 平板測數法進行。

葡萄糖（glucose）	5 g
磷酸氫二鉀（K_2HPO_4）(1)	0.8 g
硫酸鎂（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$）	0.2 g
氯化鈣（$CaCl_2 \cdot 2H_2O$）	0.15 g
硫酸亞鐵（$FeSO_4 \cdot 7H_2O$）	0.04 g
鉬酸鈉（$Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$）	0.005 g
純化瓊脂（Agar）(2)	15 g
無氮蒸餾水（nitrogen free water）(3)	加至 1000 mL

調整 pH 值至（7.0±0.1）後，再於 121℃下滅菌 15 分鐘。

註(1) K_2HPO_4 應與其他成分分別殺菌。傾皿前，培養基溫度需降至 45℃。

(2)需選用經純化處理之瓊脂；如 Noble agar（Difco Co.產品）或 Ionagar（Oxoid Co.產品），以避免污染菌生長。

(3)需確認蒸餾水未遭氮污染。

4.2 拜氏菌瓊脂培養基（*Beijerinckia* agar）：菌數計算依 5.2.1 平板測數法。

葡萄糖（glucose）	20 g
磷酸二氫鉀（KH_2PO_4）	1.0 g
硫酸鎂（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$）	0.5 g
鉬酸鈉（$Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$）	0.02 g
純化瓊脂（Agar）	15 g
無氮蒸餾水（nitrogen free water）	加至 500 mL

(1)先將上述之葡萄糖及純化瓊脂加入無氮蒸餾水至 500 mL，使其混合均勻。

(2)將配方之其餘成分混合，加入無氮蒸餾水至 500 mL，並調整 pH 值至（5.0±0.1）。

(3)上述兩溶液分別於 121℃下滅菌 15 分鐘，待兩者溫度均降至 45℃後，再予混合成為 1000 mL。

4.3 固氮螺旋菌瓊脂培養基（*Azospirillum* agar）：菌數計算依 5.2.2 最確數法（Most probable number method，簡稱 MPN 法）進行。每一樣品需準備 5～7 種連續稀釋度檢液（如 10^1～10^5 倍或 10^4～10^{10} 倍稀釋檢液），且每一稀釋度均需作五重複測試（即 5 管）。

蔗糖（sucrose）	2.5 g
DL-蘋果酸鈉（DL-sodium malate）	2.5 g
磷酸氫二鉀（K_2HPO_4）	0.1 g
磷酸二氫鉀（KH_2PO_4）	0.4 g
硫酸鎂（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$）	0.2 g
硫酸錳（$MnSO_4 \cdot 4H_2O$）	0.001 g
氯化鈉（NaCl）	0.1 g
氯化鈣（$CaCl_2 \cdot 2H_2O$）	0.02 g
鉬酸鈉（$Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$）	0.002 g
鐵鹽溶液（EDTA-Fe; 1.64%(w/v)）	4.0 mL

溴瑞香草藍溶液（Bromthymol blue）(4)　5.0 mL
純化瓊脂（Agar）　1.75 g
無氮蒸餾水（nitrogen free water）　加至 1000 mL

調整 pH 值至（7.0±0.1）後，再於 121℃下滅菌 15 分鐘。然後取 5 mL 半固體培養基置入 10 mL 無菌試管中。

備考：磷酸鹽（磷酸氫二鉀及磷酸二氫鉀）應先與鈣鹽（氯化鈣）、鎂鹽（硫酸鎂）分別殺菌後，再置入無菌試管中。

註(4)溴瑞香草藍溶液製法為取 0.5 g 溴瑞香草藍溶入 100 mL 95%酒精中。

4.4 固氮藍綠菌瓊脂培養基（*Cyanobacteria* agar）：菌數計算依 5.2.2 最確數法進行。每一樣品需準備 5～7 種連續稀釋度檢液，若預估之菌數為 10^9 CFU/mL，則採用 10^5～10^7 倍稀釋檢液，依此類推，且每一稀釋度需作五重複測試（即 5 皿）。

磷酸氫二鉀（K_2HPO_4）	0.35 g
硫酸鎂（$MgSO_4$・$7H_2O$）	0.2 g
硫酸亞鐵（$FeSO_4$・$7H_2O$）	0.005 g
硫酸銅（$CuSO_4$・$5H_2O$）	5 μg
硫酸鋅（$ZnSO_4$・$7H_2O$）	70 μg
硫酸錳（$MnSO_4$・$4H_2O$）	10 μg
氯化鈉（NaCl）	0.1 g
氯化鈣（$CaCl_2$・$2H_2O$）	0.15 g
鉬酸鈉（Na_2MoO_4・$2H_2O$）	100 μg
硼酸（H_3BO_3）	10 μg
純化瓊脂（Agar）	15 g
無氮與無有機碳蒸餾水（Nitrogen and organic C free water）	加至 1000 mL

備考：硫酸銅、硫酸鋅、硫酸錳、鉬酸鈉及硼酸可先配成母液備用。

4.5 稀釋液：生理食鹽水，將 8.5 g NaCl 溶解於蒸餾水中，然後稀釋定量成 1 L 後，在 121℃下，滅菌 15 分鐘，冷卻至室溫備用。

4.6 乙烯標準品：須取濃度已經確認之標準品，供製作標準曲線使用。常用純度為 99.5%以上。

4.7 乙炔氣（C_2H_2）：由電石加水生成，存集氣瓶中，或商用乙炔氣流經濃硫酸、3 M 氫氧化鈉及水洗滌後供試。

5.測定方法：除另有規定外，均依 5.2.1.1 之十倍連續稀釋（ten fold dilution series）進行檢液調製，並視微生物性質採取平板測數法（plate counting technique）或最確數法（MPN），計算游離固氮菌肥料所含菌數，再以乙炔還原法測定其固氮活性。

5.1 樣品貯存：樣品運抵檢驗單位後，立即貯存於 4℃±1℃之冰箱或依送樣者指定之樣品保存方式貯存，且必須於 3 天內進行菌數及活性測定。

5.2 菌數

5.2.1 平板測數法：本方法適用於固氮菌、氮單孢菌及拜氏菌。

5.2.1.1 檢液調製：依十倍連續稀釋進行。

(1)取 10 mL 或 10 g 樣品，加入 90 mL 稀釋液中，即為 10 倍稀釋檢液（亦稱 10^{-1} 稀釋度檢液）。

(2)將內含 10 倍稀釋檢液之稀釋瓶置於往復式振盪器上，以 100 rpm 轉速及 3～4 cm 之振幅振盪 20 分鐘，使其混合均勻。如為迴轉式振盪器，轉速

至少須為 150～200 rpm，振盪時間為 20 分鐘。

(3)振盪後，以滅菌之 1 mL 微量吸量管取 1 mL 之 10 倍稀釋檢液，移入 9 mL 稀釋液中，並振盪均勻，即為 10^2 倍稀釋檢液（亦稱 10^{-2} 稀釋度檢液），依序稀釋至所需稀釋度。

備考：上述稀釋程序需注意下列事項。

(A)將稀釋檢液放入稀釋液時，需置放在瓶（管）內一側，再吸取另一側尚未混入稀釋檢液之稀釋液，將微量吸管尖內壁所殘留之菌液，洗入同一瓶（管），本步驟需重覆 3 次。

(B)每支稀釋所用之微量吸管尖，只能用一次。

(C)各稀釋瓶預先標示稀釋度與樣品代號。

(D)已稀釋及未稀釋之稀釋瓶應分兩邊放置，避免重複稀釋。

(E)經稀釋之樣品應立即培養。

(F)本操作需製作可於該培養基上生長之菌株作為陽性對照組、確認無菌稀釋液是否污染之試劑空白對照組以及確認操作過程是否有污染疑慮之操作空白對照組。

(4)依每一樣品需至少準備 7 種連續稀釋度，且每一稀釋度需作三重複測試（即 3 皿），估算所需之培養皿及培養基數量。

(5)各培養皿應標示樣品代號、稀釋度、培養日期及培養基名稱。

5.2.1.2 培養程序

(1)取 0.1 mL 適當稀釋度之檢液(5)置於培養基表面中央處（若預估菌液之活菌數為 10^9 CFU/mL，則採用 10^1～10^7 倍稀釋檢液；依此類推），立即取滅菌之玻璃塗抹棒，將菌液均勻塗抹在培養基表面。

註(4)視培養基表面濕潤程度，取 0.2 mL、0.5 mL 或 1 mL 菌液量。

(2)確認培養基表面無菌液流動後，將培養皿倒置於恆溫振盪培養箱內培養，分別於第 3 天、第 7 天、第 14 天及第 28 天，選擇每皿菌落數在 25～250 之稀釋度計算菌落數，記錄之；若各稀釋倍數之菌落數均小於 25 個時，則仍要選取可計數稀釋度之全部重複來計算；而若平板中菌落數大於 250 個時亦然。結果以科學記號表示之，取個位整數，其下一位四捨五入。

備考：菌種確認方式如下；固氮菌及氮單孢菌之菌落直徑約 2 至數 mm，外觀隆起且具黏膠性，呈奶油色，但部份菌種老化後呈褐色至黑色。拜氏菌之菌落除外觀隆起、具強黏膠性外，且呈現光澤感。

5.2.2 最確數法：本方法適用於固氮螺旋菌及藍綠菌。

5.2.2.1 檢液調製：同 5.2.1.1。

5.2.2.2 培養程序

(1)固氮螺旋菌

(A)預先將稀釋瓶與試管標示樣品代號，培養基名稱及稀釋度。

(B)用微量吸量管吸取 0.1mL 稀釋檢液，穿刺接種到試管內半固體培養基中間，深度約 5 mm，緩緩取出吸管，將菌液散佈在穿刺剖面內。每個稀釋度需做五重覆。

(C)於生長箱培養 7 天及 14 天，培養基表面下 1～4 mm 處有形成菌膜（pellicle）者稱之正反應。

備考：若樣品接種量為 0.1 mL，計算時 P2 值必須乘以 10。

(2)固氮藍綠菌

(A)預先將稀釋瓶與試管標示樣品代號，培養基名稱及稀釋度。

(B)稀釋後，取 1 mL 稀釋液置入培養皿內，進行五重複測試。

(C)接種後，每皿傾入 25 mL 已冷卻至 45℃瓊脂培養基，並予混合均勻。

(D)待培養基凝固後，置於 20～30℃生長箱中，每天連續照光 16 小時，暗室 8 小時，視固氮藍綠菌生長速度，培養時間最長為 60 天。

(E)藍綠菌菌落呈藍綠色。每 1 培養皿視為 1 支試管，只要有菌落生成，無論菌落數，即計為一正反應。

5.3 游離固氮菌游離固氮活性

5.3.1 固氮菌、氮單孢菌及拜氏菌

(1)檢液調製：同 5.2.1.1。

(2)依 5.2.1.2(2)進行菌種確認，取典型菌落接種於培養液中，並於室溫下振盪，視微生物生長速度，振盪時間最長為 7 天。

(3)待菌體繁殖後，即可依 5.3.4 乙炔還原法測定其固氮活性。

5.3.2 固氮螺旋菌

(1)依 5.2.2.2(1)(B)將樣品以穿刺法接種於試管培養基。

(2)依 5.2.2.2(1)(C)確認菌種後，即可依 5.3.4 乙炔還原法測定其固氮活性。試管殘留空間需預先估算，以利測定與計算。

5.3.3 固氮藍綠菌

(1)樣品適度稀釋後，接種於無瓊脂之培養液內。

(2)置於生長箱中，每天連續照光 16 小時，視固氮藍綠菌生長速度，培養時間最長為 60 天。

(3)待呈現藍綠色菌體後，即可依 5.3.4 乙炔還原法測定其固氮活性。

5.3.4 乙炔還原法

(1)菌體繁殖後，先將螺旋試管蓋更換為血清塞，再密封管口，並進行無接種菌株與不置換 C_2H_2 之兩種空白組試驗。

(2)以 5 mL 注射筒，從試管內抽取 2～3 mL（約為 1/10 試管體積）空氣。再以 20 mL 注射筒，從乙炔貯存瓶內抽取 2～3 mL 之純化乙炔，並注入試管，然後將其置於 25～30℃之培養箱下，培養 24 小時。

(3)以 1.0 mL 注射筒，由瓶中抽取 1.0 mL 氣體，先排除部分氣體，再精確注入 0.5 mL 至氣相層析儀之管柱內，紀錄器出現之第一個波峰為乙烯，再者為乙炔。

(4)儀器分析條件

－層柱溫度：65℃。

－注入器溫度：100℃

－氮氣流速：40 mL/min。

－空氣 400 mL/min。

－氫氣 40 mL/min。

－靈敏度（sensitivity）10^2 MΩ。

(5)為簡化計算，可依乙烯波峰面積估計樣品之固氮活性，同時以乙炔波峰高度，判斷處理過程是否發生嚴重誤差。因為在相同測定條件下，乙炔波峰高度與面積大致相同，若明顯變小，代表測定過程發生漏氣等問題。

5.3.4 標準曲線製作

(1)於 100 mL 量瓶中，加入玻璃珠，直至瓶口加上血清塞後，瓶內總體積為 100 mL。以注射筒注入 1 mL 乙烯標準品，充分混合後濃度即為 10

μL/mL。

(2)配製濃度為 1～1×10^{-4} μL/mL 之乙烯標準品。

(3)豆科根瘤菌固氮活性之測定，使用濃度為 10^{-1} μL/mL。

5.3.5 標準曲線製作

(1)於 100 mL 量瓶中，加入玻璃珠，直至瓶口加上血清塞後，瓶內總體積為 100 mL。以注射筒注入 1 mL 乙烯標準品，充分混合後濃度即為 10 μL/mL。配製濃度為 1～1×10^{-4} μL/mL 之乙烯標準品。

(2)游離固氮菌固氮活性之測定，使用濃度為 10^{-1} μL/mL。

(3)取不同濃度乙烯各 0.5 mL 注入氣相層析儀中，進行層析。

(4)測定時，標準乙烯波峰，常以 10^{-1} μL/mL 之乙烯濃度來繪製；即分別取 0.2～2.0 mL 之 10^{-1} μL/mL 稀釋氣體注入氣相層析儀中，依結果繪製標準曲線。

(5)如測定條件均一致，則每測 10 個樣品，需取 1 mL 10^{-1} μL/mL 之標準乙烯氣體，並注射 0.5 mL 供查核用。

6.結果處理

6.1 菌數

6.1.1 平板測數法 $N = \dfrac{\overline{N} \times X}{V}$

N：菌數（CFU/g 或 CFU/mL）

$\overline{N}$：平均菌數（CFU/皿）

X：稀釋倍率

V：稀釋菌液量（g/皿或 mL/皿）

備考：CFU（Colony forming unit）指菌落形成數。

例如：取 0.2 mL 10^6 倍稀釋檢液之培養皿，測得游離固氮菌肥料菌數三重複平均值為 125，依上式可求出菌數(N)為 6.25×10^8（CFU/g 或 CFU/mL）；代表每克或每毫升肥料菌數為 6×10^8 CFU。

$$N = \frac{125\times10^6}{0.2} = 6.25\times10^8$$

6.1.2 最確數法：必須觀測三種連續稀釋度，將試驗結果依表 1 記錄，再依稀釋倍率為 10 倍、5 倍或 2 倍之五重複最確數表（表 2、表 3、表 4），求得最確數菌數。

表 1、MPN 試驗記錄範例

稀釋倍率	重複數					正反應試管數
	1	2	3	4	5	
10^5	+	+	+	+	+	5
10^6	+	+	–	+	+	4
10^7	+	–	–	+	+	3
10^8	–	–	+	–	–	1
10^9	–	–	–	–	–	0

表 1 呈現正結果之試管數為 5-4-3-1-0，避免採用極端值，故採用 4-3-1 即 P_1（稀釋倍率 10^6）＝4、P_2（稀釋倍率 10^7）＝3、P_3（稀釋倍率 10^8）＝1，查 10 倍稀釋五重複最確數表（表 2），4-3-1 之值為 0.33，故 MPN 值為 0.33×P_2 稀釋倍率＝0.33×10^7＝3.3×10^6 菌數（個）/接種劑重量（g 或 mL）

如需計算兩 MPN 值之平均數，需以幾何平均數計算，如下例。

MPN-1=2.8×10^8　　MPN-2=2.7×10^8

平均數 $=\sqrt{\left(2.8\times10^{8}\right)\times\left(2.7\times10^{8}\right)}=\sqrt{7.56\times10^{16}}=2.75\times10^{8}\cong2.8\times10^{8}$

可信限度（Confidence limit）：MPN 值之 95%可信限度間隔因子（Factor for 95% confidence interval）因稀釋度與重複數而異，以 10 倍稀釋五重複為例，其值為 3.3，以上述 MPN 值為例，其 95%可信限度範圍如下。

2.8×3.3=9.24　　　　　　2.8÷3.3=0.84

當 MPN 測值為 2.8×10^{8} 時，其 95%可信限度之範圍為 0.84×10^{8} 至 9.24×10^{8}。

6.2 固氮活性

6.2.1 計算：$C = C_1 \times \dfrac{A}{A_1}$

C：檢液中乙烯濃度(μL/mL)

C_1：乙烯標準濃度(μL/mL)

A：檢液波峰面積(cm^2)

A_1：乙烯標準濃度波峰面積(cm^2)

6.2.2 測得裝樣品之試管中，每毫升混合氣體所含乙烯濃度為 0.025 μL/mL，將其乘以試管上部體積（試管內體積預先測定，減掉樣品體積，本方法約 20 mL），可求得每管檢液產生乙烯量為 0.025 μL/mL×20 mL/管＝0.5 μL/管。

6.2.3 上式亦須考量時間因子；例如培養 0.5 小時，則 6.2.2 所得值須乘以 2。本方法培養時間為 24 小時；即每管檢液產生乙烯量為 0.02 μL/(管×小時)。

6.2.4 25℃時，1 莫耳（mol）氣體體積為 24.5 L，則 1 微莫耳（μmol）氣體體積為 24.5 μL。可知 0.02 μL/(管×小時)之乙烯量亦為 0.82 nmol/(管×小時)。則該游離固氮菌肥料固氮活性每小時生成量為 0.82 nmol 乙烯。

表 2、10 倍稀釋五重複最確數表

P_1	P_2	P_3					
		0	1	2	3	4	5
0	0	—	0.018	0.036	0.054	0.072	0.090
0	1	(0.018)	0.036	0.055	0.073	0.091	0.11
0	2	0.037	0.055	0.074	0.092	0.11	0.13
0	3	0.056	0.074	0.093	0.11	0.13	0.15
0	4	0.075	0.094	0.11	0.13	0.15	0.17
0	5	0.094	0.11	0.13	0.15	0.17	0.19
1	0	(0.020)	0.040	0.06	0.08	0.10	0.12
1	1	(0.040)	0.061	0.081	0.1	0.12	0.14
1	2	0.061	0.082	0.1	0.12	0.15	0.17
1	3	0.083	0.1	0.13	0.15	0.17	0.19
1	4	0.11	0.13	0.15	0.17	0.19	0.22
1	5	0.13	0.15	0.17	0.19	0.22	0.24
2	0	(0.045)	(0.068)	0.091	0.12	0.14	0.16
2	1	(0.068)	0.092	0.12	0.14	0.17	0.19
2	2	(0.093)	0.12	0.14	0.17	0.19	0.22
2	3	0.12	0.14	0.17	0.20	0.22	0.25
2	4	0.15	0.17	0.20	0.23	0.25	0.28
2	5	0.17	0.20	0.23	0.26	0.29	0.32
3	0	(0.078)	(0.11)	0.13	0.16	0.20	0.23
3	1	(0.11)	0.14	0.17	0.20	0.23	0.27
3	2	(0.14)	0.17	0.20	0.24	0.27	0.31
3	3	0.17	0.21	0.24	0.28	0.31	0.35
3	4	0.21	0.24	0.28	0.32	0.36	0.40
3	5	0.25	0.29	0.32	0.37	0.41	0.45
4	0	(0.13)	(0.17)	0.21	0.25	0.30	0.36
4	1	(0.17)	(0.21)	0.26	0.31	0.36	0.42
4	2	(0.22)	(0.26)	0.32	0.38	0.44	0.50
4	3	(0.27)	0.33	0.39	0.45	0.52	0.59
4	4	0.34	0.40	0.47	0.54	0.62	0.69
4	5	0.41	0.48	0.56	0.64	0.72	0.81
5	0	(0.23)	(0.31)	0.43	0.58	0.76	0.95
5	1	(0.33)	(0.46)	0.64	0.84	1.1	1.3
5	2	(0.49)	(0.70)	(0.95)	1.2	1.5	1.8
5	3	(0.79)	(1.1)	(1.4)	1.8	2.1	2.5
5	4	(1.3)	(1.7)	(2.2)	(2.8)	3.5	4.3
5	5	(2.4)	(3.5)	(5.4)	(9.2)	(16)	—

備考 1.95%可信限度間隔因子為 3.30。

2.表內以(　)表示之數字，最好再測定一次。

表 3、5 倍稀釋五重複最確數表

P_1	P_2	P_3					
		0	1	2	3	4	5
0	0	—	0.032	0.065	0.098	0.131	0.164
0	1	(0.033)	0.066	0.099	0.133	0.166	0.200
0	2	0.067	0.100	0.134	0.169	0.203	0.238
0	3	0.102	0.136	0.171	0.206	0.241	0.277
0	4	0.138	0.173	0.209	0.245	0.281	0.317
0	5	0.176	0.212	0.248	0.285	0.322	0.359
1	0	(0.035)	0.071	0.107	0.143	0.180	0.218
1	1	(0.072)	0.108	0.146	0.183	0.221	0.260
1	2	0.110	0.148	0.186	0.225	0.264	0.304
1	3	0.150	0.189	0.228	0.268	0.309	0.350
1	4	0.192	0.232	0.273	0.314	0.356	0.399
1	5	0.236	0.278	0.320	0.362	0.406	0.450
2	0	(0.078)	0.118	0.159	0.201	0.244	0.288
2	1	(0.120)	0.162	0.205	0.248	0.293	0.339
2	2	0.165	0.208	0.253	0.299	0.345	0.393
2	3	0.212	0.258	0.304	0.352	0.401	0.452
2	4	0.263	0.310	0.359	0.410	0.461	0.514
2	5	0.317	0.367	0.419	0.472	0.526	0.582
3	0	(0.132)	0.179	0.228	0.279	0.332	0.386
3	1	(0.183)	0.233	0.285	0.339	0.395	0.454
3	2	(0.238)	0.291	0.347	0.405	0.465	0.528
3	3	0.298	0.355	0.415	0.478	0.543	0.611
3	4	0.364	0.426	0.491	0.559	0.629	0.703
3	5	0.438	0.505	0.576	0.649	0.727	0.807
4	0	(0.207)	0.267	0.330	0.398	0.471	0.549
4	1	(0.274)	0.340	0.410	0.486	0.568	0.656
4	2	(0.349)	0.423	0.503	0.589	0.682	0.782
4	3	0.437	0.521	0.613	0.712	0.819	0.934
4	4	0.541	0.639	0.745	0.861	0.986	1.119
4	5	0.668	0.783	0.908	1.045	1.193	1.350
5	0	0.328	0.419	0.523	0.644	0.786	0.950
5	1	(0.437)	(0.549)	0.683	0.843	1.030	1.243
5	2	(0.580)	(0.730)	0.913	1.132	1.385	1.666
5	3	(0.788)	(1.004)	(1.270)	1.581	1.936	2.337
5	4	(1.129)	(1.468)	(1.879)	(2.372)	2.974	3.731
5	5	(1.794)	(2.433)	(3.353)	(4.887)	(8.078)	—

備考 1.95%可信限度間隔因子為 2.58。

2.表內以(　)表示之數字，最好再測定一次。

表 4、2 倍稀釋五重複最確數表

P_1	P_2	P_3					
		0	1	2	3	4	5
0	0	—	(0.058)	0.118	0.179	0.243	0.308
0	1	(0.059)	0.119	0.182	0.247	0.314	0.383
0	2	0.121	0.185	0.251	0.319	0.390	0.463
0	3	0.188	0.255	0.325	0.397	0.472	0.550
0	4	0.260	0.330	0.404	0.481	0.561	0.644
0	5	0.336	0.412	0.490	0.572	0.658	0.748
1	0	(0.061)	(0.123)	0.188	0.256	0.325	0.398
1	1	(0.125)	0.191	0.260	0.331	0.405	0.483
1	2	0.195	0.265	0.337	0.413	0.492	0.575
1	3	0.269	0.344	0.421	0.503	0.588	0.677
1	4	0.350	0.430	0.513	0.601	0.693	0.790
1	5	0.439	0.524	0.614	0.710	0.810	0.918
2	0	(0.130)	0.198	0.270	0.345	0.423	0.505
2	1	(0.202)	(0.275)	0.352	0.432	0.516	0.604
2	2	0.280	0.359	0.441	0.527	0.618	0.714
2	3	0.366	0.450	0.539	0.633	0.733	0.839
2	4	0.460	0.551	0.648	0.752	0.862	0.981
2	5	0.565	0.665	0.772	0.888	1.012	1.147
3	0	0.210	0.287	0.367	0.452	0.542	0.637
3	1	(0.292)	0.375	0.462	0.554	0.653	0.758
3	2	0.383	0.473	0.568	0.670	0.779	0.896
3	3	0.484	0.582	0.688	0.801	0.924	1.058
3	4	0.597	0.707	0.825	0.955	1.096	1.253
3	5	0.728	0.852	0.988	1.138	1.307	1.498
4	0	0.305	0.393	0.486	0.586	0.693	0.808
4	1	0.402	0.498	0.601	0.713	0.833	0.966
4	2	0.511	0.618	0.734	0.860	1.000	1.155
4	3	0.635	0.757	0.890	1.038	1.204	1.393
4	4	0.781	0.922	1.079	1.259	1.466	1.711
4	5	0.957	1.126	1.321	1.522	1.831	2.184
5	0	0.424	0.527	0.640	0.764	0.900	1.052
5	1	0.542	0.660	0.789	0.933	1.096	1.282
5	2	0.680	0.817	0.970	1.145	1.349	1.591
5	3	0.847	1.011	(1.201)	(1.427)	1.703	2.056
5	4	1.058	1.266	(1.520)	(1.843)	(2.281)	(2.937)
5	5	1.342	1.635	(2.030)	(2.620)	(3.717)	—

備考 1.95%可信限度間隔因子為 1.86。

2.表內以(　)表示之數字，最好再測定一次。

(三)溶磷菌(方法編號 AFS3183-1)

1.適用範圍：溶磷菌肥料中溶磷菌有效菌數及溶磷活性之測定。

2.用語釋義

2.1 溶磷菌：具將礦物性磷分解為水溶性磷能力之微生物。

2.2 含磷無機鹽礦物：包括磷酸鈣、磷酸鋁、磷酸鐵或磷礦石粉等含磷無機礦物。

3.儀器與設備

3.1 高壓滅菌器：滅菌溫度可達 121℃（約 15 lb/in^2 或 1kg/cm^2）並能維持 15 分鐘以上者。

3.2 電子天平。

3.3 有蓋試管：18 mm×150 mm。

3.4 恆溫振盪培養箱：能維持內部溫差範圍±1.0℃以內者，且具往復式或迴轉式振盪器，用於稀釋瓶振盪及微生物生長之培養。

3.5 試管混合器。

3.6 微量吸量管(Pipetman)及微量吸管尖(tip)：0.1 mL、1 mL、10 mL。

3.7 水浴槽。

3.8 玻璃塗抹棒：直徑 3 mm 圓玻棒，前端彎曲成三角形，邊寬 40～50 mm。

3.9 培養皿：直徑 9 cm。

3.10 無菌操作台。

3.11 培養箱：溫度範圍±1.0℃。

3.12 高速離心機：轉速需達 27,000xg 以上。

3.13 過濾裝置：包括 0.45 μm 微孔濾膜之過濾裝置。

3.14 分光光度計。

3.15 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.16 冰箱：恆溫 4℃±1℃。

3.17 三角瓶：250 mL、500 mL。

3.18 透氣塞：供 250 mL 三角瓶使用。

3.19 定量瓶：50 mL、100 mL。

3.20 菌落計數器。

3.21 酸鹼度計：附一般電極及平面電極。

3.22 接種用白金針或白金耳或丟棄式接種環（disposable inoculation loop）。

4.試藥液製備

4.1 溶磷菌培養基

葡萄糖（Dextrose）	10 g
酵母抽出物（yeast extract）	0.5 g
硫酸銨（$(NH_4)_2SO_4$）	0.5 g
氯化鉀（KCl）	0.20 g
硫酸鎂（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$）	0.10 g
硫酸亞鐵（$FeSO_4 \cdot 7H_2O$）(1)	0.0001 g
硫酸錳（$MnSO_4 \cdot 4H_2O$）(1)	0.0001 g
瓊脂（Agar）	15 g
磷酸鹽（Phosphate）(2)	5.0 g

蒸餾水　　　　　　　　　　　　　　　　加至 1000 mL

調整 pH 值至（7.0±0.1）後，再於 121℃下滅菌 15 分鐘。

備考：5.3.1 檢液調製用培養液之組成不含瓊脂，餘相同。

註(1)稱取 100 mg 硫酸亞鐵或硫酸錳，溶入蒸餾水中，添加蒸餾水至 100 mL，配成母液。使用時，每公升培養基中加入量為 1 mL。

(2)視微生物種類而異，添加 5.0 g/L 磷酸鈣（$Ca_3(PO_4)_2$）、5.0 g/L 磷酸鋁（$AlPO_4$）、5.0 g/L 磷酸鐵（$FePO_4$）或 5.0 g/L 磷礦石粉等磷酸鹽。一般溶磷菌多為溶磷酸鈣與磷礦石之菌種。其中磷酸鐵應與瓊脂分開滅菌後，再合併使用，以避免瓊脂在高溫殺菌時水解而失去凝固力。

4.2 稀釋液：生理食鹽水，將 8.5 g NaCl 溶解於蒸餾水中，然後稀釋定量成 1 L 後，在 121℃下，滅菌 15 分鐘，冷卻至室溫備用。

4.3 磷比色用試劑：用於鉬黃法之測定。

4.3.1 鉬酸銨溶液：稱取 25 g 分析級鉬酸銨（$(NH_4)_6Mo_7O_{24}$・$4H_2O$）溶解於 400 mL 去離子水中。

4.3.2 偏釩酸銨溶液（NH_4VO_3）：稱取 1.25 g 偏釩酸銨溶解於 300 mL 之沸騰去離子水中，冷卻至室溫供用。

4.3.3 混合試劑（HNO_3-Vanadate-Molybdate）：將偏釩酸銨液移入 1000 mL 量液瓶中，快速攪拌，並緩慢加入 250 mL 濃硝酸，冷卻至室溫，將鉬酸銨液倒入量液瓶中，添加去離子水至 1000 mL。

4.3.4 3.5 M 硫酸液：緩慢將 194 mL 濃硫酸，加入 500 mL 去離子水中，再稀釋為 1000 mL，冷卻備用。

4.3.5 磷 50 mg/L 標準溶液：KH_2PO_4 先於 40℃下乾燥，正確稱取 0.2197 g 後，加入去離子水及 25 mL 3.5 M 硫酸液，再加去離子水至 1000 mL，此時磷濃度即為磷 50 mg/L。亦可採用市售磷標準溶液（PO_4^{3-}, 1000 mg/L）。

5.測定方法：利用十倍連續稀釋（ten fold dilution series）或平板測數法（plate counting technique）計算菌數，並用分光光度計、原子吸收光譜儀或感應耦合電漿光譜儀（ICP）測得水溶性磷含量來表示溶磷活性。

5.1 樣品貯存：樣品運抵檢驗單位後，立即貯存於 4℃±1℃之冰箱或依送樣者指定之樣品保存方式貯存，且必須於 3 天內進行菌數及活性測定。

5.2 菌數

5.2.1 檢液調製

(1)取 10 mL 或 10 g 樣品，加入 90 mL 稀釋液中，即為 10 倍稀釋檢液（亦稱 10^{-1} 稀釋度檢液）。

(2)將內含 10 倍稀釋檢液之稀釋瓶置於往復式振盪器上，以 100 rpm 轉速及 3～4 cm 之振幅振盪 20 分鐘，使其混合均勻。如為迴轉式振盪器，轉速至少須為 150～200 rpm，振盪時間為 20 分鐘。

(3)振盪後，以滅菌之 1 mL 微量吸量管取 1 mL 之 10 倍稀釋檢液，移入 9 mL 稀釋液中，並振盪均勻，即為 10^2 倍稀釋檢液（亦稱 10^{-2} 稀釋度檢液），依序稀釋至所需稀釋度。

備考：上述稀釋程序需注意下列事項。

(A)將稀釋檢液放入稀釋液時，需置放在瓶（管）內一側，再吸取另一側尚未混入稀釋檢液之稀釋液，將微量吸管尖內壁所殘留之菌液，洗入同一瓶（管），本步驟需重覆 3 次。

(B)每支稀釋所用之微量吸管尖，只能用一次。

(C)各稀釋瓶預先標示稀釋度與樣品代號。

(D)已稀釋及未稀釋之稀釋瓶應分兩邊放置，避免重複稀釋。

(E)經稀釋之樣品應立即培養。

(F)本操作需製作可於該培養基上生長之菌株作為陽性對照組、確認無菌稀釋液是否污染之試劑空白對照組以及確認操作過程是否有污染疑慮之操作空白對照組。

(4)依每一樣品需至少準備 7 種連續稀釋度，且每一稀釋度需作三重複測試（即 3 皿），估算所需之培養皿及培養基數量。

(5)各培養皿應標示樣品代號、稀釋度、培養日期及培養基名稱。

5.2.2 培養程序

(1)取 0.1 mL 適當稀釋度之檢液[(3)]置於培養基表面中央處（若預估菌液之活菌數為 10^9 CFU/mL，則採用 10^1～10^7 倍稀釋檢液；依此類推），立即取滅菌之玻璃塗抹棒，將菌液均勻塗抹在培養基表面。

註[(4)]視培養基表面濕潤程度，菌液量可取 0.2 mL、0.5 mL 或 1 mL。

(2)確認培養基表面無菌液流動後，將培養皿倒置於恆溫振盪培養箱內培養，分別於第 3 天、第 7 天、第 14 天及第 28 天，選擇每皿菌落數在 25～250 之稀釋度計算菌落數，記錄之；若各稀釋倍數之菌落數均小於 25 個時，則仍要選取可計數稀釋度之全部重複來計算；而若平板中菌落數大於 250 個時亦然。結果以科學記號表示之，取個位整數，其下一位四捨五入。

(3)細菌之菌落於上述培養基上形成透明環者，可認定為溶磷菌；若細菌之菌落於上述培養基未形成透明環，但該產品有溶磷活性且具有單一的菌落型態，也可認定該細菌為溶磷菌。

5.3 溶磷菌溶磷活性

5.3.1 檢液調製

(1)取適量樣品加入裝 100 mL 培養液之 250 mL 三角瓶中，另製備接種適量樣品後隨即高壓滅菌處理之對照組，於 28～30℃及轉速 200 rpm 的條件下，振盪培養 4 天。製作可於該培養液中生長並可測得溶磷活性之菌株，當作陽性對照組，以及確認無菌稀釋液是否污染之試劑空白對照組。

(2)將實驗組、對照組以及陽性對照組、試劑空白對照組之培養液搖晃均勻後，取部分移入 50 mL 無菌離心管，以高速離心機離心 20 分鐘，再用 0.45 μm 濾膜過濾上清液，所得濾液即為鉬黃法呈色檢液或上機檢液。

(3)取定量濾液（磷約 100～900 μg）移至 50 mL 定量瓶中，加入 10 mL 混合試劑，以去離子水稀釋定量，混勻並靜置 1 小時後，以波長 400 nm、420 nm 或 470 nm 之分光光度計或 ICP 測定磷濃度。

(4)溶磷活性測定方法主要是鉬黃呈色法，當樣品呈色混濁影響分光光度計之數值判讀時，才採用 ICP 分析檢液中水溶性磷濃度。

5.3.2 標準曲線製作

(1)分別正確量取 0 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL 及 25 mL 之 4.3.5 磷 50 mg/L 標準溶液，加入 6 個 50 mL 定量瓶中，各加入 10 mL 混合試劑，並以去離子水稀釋定量，混勻後即為 0 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、15 mg/L、20 mg/L 及 25 mg/L 之磷濃度。

(2)靜置 1 小時後，以分光光度計或 ICP 測定磷濃度，並製作標準曲線。分光光度計所選用波長，依待測溶液磷濃度而異；如下所示。

濃度範圍(mg/L)	波長(nm)
1.0～5.0	400
2.0～10.0	420
4.0～18.0	470

(3)依標準曲線所得之樣品濃度，計算磷含量。

6.結果處理

6.1 菌數 $N = \frac{\overline{N} \times X}{V}$

N：菌數（CFU/g 或 CFU/mL）

$\overline{N}$：平均菌數（CFU/皿）

X：稀釋倍率

V：稀釋菌液量（g/皿或 mL/皿）

備考：CFU（Colony forming unit）指菌落形成數。

例如：取 0.2 mL 10^6 倍稀釋檢液之培養皿，測得菌數三重複平均值為 125，依上式可求出菌數(N)為 6.25×10^8（CFU/g 或 CFU/mL）；代表每克或每毫升溶磷菌肥料菌數為 6×10^8 CFU。

$$N = \frac{125\times10^6}{0.2} = 6.25\times10^8$$

6.2 溶磷菌溶磷活性：指單位體積（重量）肥料之溶磷菌，在單位時間內將難溶性磷分解為水溶性磷之量（μg/g(mL)×小時(天)）

$$C = \frac{x-y}{z\times w}$$

x：樣品之培養液所含水溶性磷量（μg/瓶）

y：滅菌樣品之培養液所含水溶性磷量（μg/瓶）

z：使用微生物肥料量（mL/瓶或 g/瓶）

w：培養時間（小時或天）

(四)溶鉀菌(方法編號 AFS3184-1)

1.適用範圍：溶鉀菌肥料中溶鉀菌有效活菌數及溶鉀活性之測定。

2.用語釋義

2.1 溶鉀菌：具將礦物性鉀分解為水溶性鉀能力之微生物。

2.2 含鉀無機鹽礦物：包括鉀玻璃粉、長石或雲母粉等含鉀矽酸鹽礦物。

3.儀器與設備

3.1 高壓滅菌器：滅菌溫度可達 121℃（約 15 lb/in^2 或 1kg/cm^2）並能維持 15 分鐘以上者。

3.2 電子天平。

3.3 有蓋試管：18 mm×150 mm。

3.4 恆溫振盪培養箱：能維持內部溫差範圍±1.0℃以內者，且具往復式或迴轉式振盪器，用於稀釋瓶振盪及微生物生長之培養。

3.5 試管混合器。

3.6 微量吸量管(Pipetman)及微量吸管尖(tip)：0.1 mL、1 mL、10 mL。

3.7 水浴槽。

3.8 玻璃塗抹棒：直徑 3 mm 圓玻棒，前端彎曲成三角形，邊寬 40～50 mm。

3.9 培養皿：直徑 9 cm。

3.10 無菌操作台。

3.11 培養箱：溫度範圍±1.0℃。

3.12 過濾裝置：包括 0.45 μm 微孔濾膜之過濾裝置。

3.13 火焰分光光度計。

3.14 感應耦合電漿原子發射光譜儀（ICP-AES）。

3.15 冰箱：恆溫 4℃±1℃。

3.16 三角瓶：250 mL、500 mL。

3.17 透氣塞：供 250 mL 三角瓶使用。

3.18 定量瓶：100 mL。

3.19 高速離心機：轉速需達 27,000xg 以上。

3.20 菌落計數器。

3.21 酸鹼度計：附一般電極及平面電極。

3.22 接種用白金針或白金耳或丟棄式接種環（disposable inoculation loop）。

4.試藥液製備

4.1 溶鉀菌培養基

蔗糖（sucrose）	5 g
磷酸氫二銨（$(NH_4)_2HPO_4$）	2 g
硫酸鎂（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$）	0.5 g
碳酸鈣（$CaCO_3$）	0.1 g
氯化鈣（$CaCl_2 \cdot 2H_2O$）	0.15 g
氯化鐵（$FeCl_3 \cdot 6H_2O$）	0.005 g
鉀玻璃粉(1)	1.0 g
瓊脂（Agar）	15 g
蒸餾水	加至 1000 mL

調整 pH 值至（7.0±0.1）後，再於 121℃下滅菌 15 分鐘。

備考：5.4.1 檢液調製用培養液之組成不含瓊脂，餘相同。

註(1)可用長石、雲母粉或伊來石替代（依菌種特性擇定）。

4.2 稀釋液：生理食鹽水，將 8.5 g NaCl 溶解於蒸餾水中，然後稀釋定量成 1 L 後，在 121℃下，滅菌 15 分鐘，冷卻至室溫備用。

4.3 鉀 100 mg/L 標準溶液：正確稱取經 105℃下烘乾 24 小時後冷卻至室溫之 0.1910 g 高純度氯化鉀（KCl），先溶解於蒸餾水中，再稀釋成 1 L；此時鉀濃度即為鉀 100 mg/L。亦可採用市售鉀標準溶液。

4.4 過氧化氫（H_2O_2，6%(v/v)）。

5.測定方法：利用十倍連續稀釋（ten fold dilution series）與平板測數法（plate counting technique）計算菌數，並用火焰光光度計、原子吸收光譜儀或感應耦合式電漿光譜儀（ICP）測得水溶性鉀含量來表示溶鉀活性。

5.1 樣品貯存：樣品運抵檢驗單位後，立即貯存於 4℃±1℃之冰箱或依送樣者指定之樣品保存方式貯存，且必須於 3 天內進行菌數及活性測定。

5.2 菌數

5.2.1 檢液調製

(1)取 10 mL 或 10 g 樣品，加入 90 mL 稀釋液中，即為 10 倍稀釋檢液（亦

稱 10^{-1} 稀釋度檢液）。

(2)將內含 10 倍稀釋檢液之稀釋瓶置於往復式振盪器上，以 100 rpm 轉速及 3～4 cm 之振幅振盪 20 分鐘，使其混合均勻。如為迴轉式振盪器，轉速至少須為 150～200 rpm，振盪時間為 20 分鐘。

(3)振盪後，以滅菌之 1 mL 微量吸量管取 1 mL 之 10 倍稀釋檢液，移入 9 mL 稀釋液中，並振盪均勻，即為 10^{2} 倍稀釋檢液（亦稱 10^{-2} 稀釋度檢液），依序稀釋至所需稀釋度。

備考：上述稀釋程序需注意下列事項。

(A)將稀釋檢液放入稀釋液時，需置放在瓶（管）內一側，再吸取另一側尚未混入稀釋檢液之稀釋液，將微量吸管尖內壁所殘留之菌液，洗入同一瓶（管），本步驟需重覆 3 次。

(B)每支稀釋所用之微量吸管尖，只能用一次。

(C)各稀釋瓶預先標示稀釋度與樣品代號。

(D)已稀釋及未稀釋之稀釋瓶應分兩邊放置，避免重複稀釋。

(E)經稀釋之樣品應立即培養。

(F)本操作需製作可於該培養基上生長之菌株作為陽性對照組、確認無菌稀釋液是否污染之試劑空白對照組以及確認操作過程是否有污染疑慮之操作空白對照組。

(4)依每一樣品需至少準備 7 種連續稀釋度，且每一稀釋度需作三重複測試（即 3 皿），估算所需之培養皿及培養基數量。

(5)各培養皿應標示樣品代號、稀釋度、培養日期及培養基名稱。

5.2.2 培養程序

(1)取 0.1 mL 適當稀釋度之檢液[(3)]置於培養基表面中央處（若預估菌液之活菌數為 10^{9} CFU/mL，則採用 10^{1}～10^{7} 倍稀釋檢液；依此類推），立即取滅菌之玻璃塗抹棒，將菌液均勻塗抹在培養基表面。

註[(3)]視培養基表面濕潤程度，菌液量可取 0.2 mL、0.5 mL 或 1 mL。

(2)確認培養基表面無菌液流動後，將培養皿倒置於恆溫振盪培養箱內培養，分別於第 3 天、第 7 天、第 14 天及第 28 天，選擇每皿菌落數在 25～250 之稀釋度計算菌落數，記錄之；若各稀釋倍數之菌落數均小於 25 個時，則仍要選取可計數稀釋度之全部重複來計算；而若平板中菌落數大於 250 個時亦然。結果以科學記號表示之，取個位整數，其下一位四捨五入。

5.3 溶鉀菌溶鉀活性

5.3.1 檢液調製

(1)取適量樣品加入裝 100 mL 培養液之 250 mL 三角瓶中，另製備接種適量樣品後隨即高壓滅菌處理之對照組，於 28～30℃及轉速 200 rpm 的條件下，振盪培養 4 天。製作可於該培養液中生長並可測得溶鉀活性之菌株，當作陽性對照組，以及確認無菌稀釋液是否汙染之試劑空白對照組。

(2)將培養液全部移至蒸發皿中，在抽氣櫃內以陶瓷加熱板煮開培養液，直到培養液濃縮為 10 mL 左右。

(3)加入 0.5 mL 6% H_2O_2，然後繼續蒸煮，同時不斷攪拌，並反複處理，直到溶鉀菌粘液消失為止。

(4)加入蒸餾水，過濾後，將濾液移至 100 mL 定量瓶中，使其體積為 100 mL；即為檢液。

5.3.2 標準曲線製作

(1)分別正確量取 0 mL、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL、10 mL、15 mL 及 20 mL 之 4.3 鉀 100 mg/L 標準溶液，加入 8 個 100 mL 量液瓶中，並以蒸餾水稀釋定量，即為 0 mg/L、2 mg/L、4 mg/L、6 mg/L、8 mg/L、10 mg/L、15 mg/L 及 20 mg/L 之鉀濃度。

(2)以火焰分光光度計、原子吸收光譜儀或 ICP 測定鉀濃度，並製作標準曲線。

(3)依標準曲線所得之樣品濃度，計算鉀含量。

6.結果處理

6.1 菌數 $N = \dfrac{\overline{N} \times X}{V}$

N：菌數（CFU/g 或 CFU/mL）

$\overline{N}$：平均菌數（CFU/皿）

X：稀釋倍率

V：稀釋菌液量（g/皿或 mL/皿）

備考：CFU（Colony forming unit）指菌落形成數。

例如：取 0.2 mL 10^6 倍稀釋檢液之培養皿，測得菌數三重複平均值為 125，依上式可求出菌數(N)為 6.25×10^8（CFU/g 或 CFU/mL）；代表每克或每毫升溶鉀菌肥料菌數為 6×10^8 CFU。

$$N = \frac{125\times10^6}{0.2} = 6.25\times10^8$$

6.2 溶鉀菌溶鉀活性：指單位體積（重量）肥料之溶鉀菌，在單位時間內將礦物性鉀溶解為水溶性鉀之量（μg/g(mL)×小時(天)）

$$C = \frac{x-y}{z\times w}$$

x：樣品之培養液所含水溶性磷量（μg/瓶）

y：滅菌樣品之培養液所含水溶性磷量（μg/瓶）

z：使用微生物肥料量（mL/瓶或 g/瓶）

w：培養時間（小時或天）

(五)叢枝菌根菌(方法編號 AFS3185-1)

1.適用範圍：叢枝菌根菌肥料中叢枝菌根菌繁殖體與植物根系形成菌根以染色法觀測及叢枝菌根菌孢子數之測定。

2.用語釋義

2.1 叢枝菌根菌（arbuscular mycorrhizal fungi）：係指可在植物根系內形成叢枝構造之真菌。

2.2 繁殖體：叢枝菌根菌繁殖構造，包括菌絲、感染根段及孢子。

2.3 孢子：叢枝菌根菌之非結合孢子（Azygospore）或厚膜孢子（Chlamydospore）。

3.儀器與設備

3.1 高壓滅菌器：滅菌溫度可達 121℃（約 15 lb/in^2 或 1kg/cm^2）並能維持 15 分鐘以上者。

3.2 冰箱：恆溫 4℃±1℃。

3.3 光學顯微鏡：用於觀測繁殖體。

3.4 解剖顯微鏡：放大倍率為 7.5 倍至 70 倍，用於觀測孢子數。

3.5 電子天平：可稱量到 2,000 g，靈敏度為 0.1 g。
3.6 微量吸管。
3.7 離心機。
3.8 離心管：50 mL。
3.9 洗滌瓶。
3.10 塑膠量杯：2 L。
3.11 培養皿：直徑 9 cm。
3.12 穴植管與管架：穴植管直徑約 2～3 cm，長度約 12～20 cm。置放穴植管的架子。
3.13 篩網組：60、120 及 400 mesh 篩網各 1 個，依篩孔大小，由上而下排列。

4.試藥液製備

4.1 40%（w/v）蔗糖液。
4.2 種子：常用的為百喜草、玉米或紅豆種子。
4.3 95%酒精。
4.4 5%氯胺-T（Chloramine-T）：使用前才以滅菌水配製。
4.5 2.5%（w/v）氫氧化鉀溶液。
4.6 1%（v/v）鹽酸。
4.7 鹼性雙氧水（Alkaline H_2O_2）：取 1 mL 濃氨水，加入 10 mL 10%過氧化氫溶液，以蒸餾水稀釋至 200 mL。使用前才以滅菌水配製。
4.8 滅菌水。
4.9 酸性品紅（Acid fuchsin）甘油染色劑：取 500 mL 甘油、450 mL 蒸餾水及 50 mL 1%鹽酸，使其混合均勻，再加入 0.5 g 酸性品紅粉末；即為酸性品紅甘油染色劑。
4.10 脫色劑：取 500 mL 甘油、450 mL 蒸餾水及 50 mL 1%鹽酸，使其混合均勻，即為脫色劑。
4.11 稀釋用砂：將河砂或石英砂清洗至不含土壤，瀝乾後取 500 g 予以袋裝（壓平使厚度小於 1 cm），進行 3 次間歇高壓滅菌；即以溫度 121℃，滅菌 1 小時後，必須間歇 24 小時。
4.12 瓊脂培養基：配製 1.2%（g/L）瓊脂（Agar），滅菌後予以傾皿，供玉米種子發芽用。
4.13 種子營養液：本方法須採用 1/4 濃度；即將種子營養液及水以 1：3（v/v）混合均勻。

硫酸鎂（$MgSO_4 \cdot 7H_2O$）	0.368 g
硫酸鉀（K_2SO_4）	0.348 g
氯化鈣（$CaCl_2 \cdot 2H_2O$）	0.876 mg
硝酸銨（(NH_4NO_3）	0.402 g
磷酸氫二鈉（(Na_2HPO_4）	0.179 g
微量元素液[(1)]	2.0 mL
蒸餾水	加至 1,000 mL

必須調整 pH 值為 6.5～7.0。

註[(1)]每 1 公升微量元素液含 0.223 g 硫酸錳（$MnSO_4 \cdot 4H_2O$）、0.0092 g 鐵鹽（EDTA-Fe）、0.029 g 硫酸鋅（$ZnSO_4 \cdot 7H_2O$）、0.025 g 硫酸銅（$CuSO_4 \cdot 5H_2O$）、0.031 g 硼酸（H_3BO_3）、0.009 g 鉬酸銨（$(NH_4)_6Mo_7O_{24}$）及、0.585 g 氯化鈉（NaCl）。

營養液的使用視日照、溫度及植物生長速率調整。

5.測定方法：利用叢枝菌根菌繁殖體與根系形成菌根，以染色法觀測其根系是否形成菌根，並依最確數法（Most probable number method，簡稱 MPN 法）計算繁殖體數，依濕篩傾注法與糖液離心法分離測孢子數。

5.1 樣品貯存：樣品運抵檢驗單位後，立即貯存於 4℃±1℃之冰箱或依送樣者指定之樣品保存方式貯存，且必須於 3 天內進行菌數及活性測定。

5.2 繁殖體數

5.2.1 檢體調製

(1)取 400 g 稀釋用砂（可將 5 根穴植管裝填八分滿之量），將其置入一已滅菌容器，並加入 100 g 樣品，用力混勻後，置入 5 根穴植管（每根裝填 80 g）；各管即為 5 倍稀釋檢體(2)（亦稱 5^{-1} 稀釋度檢體）。剩餘 100 g 5 倍稀釋檢體(A)可供後續稀釋。每次稀釋換用已滅菌容器。

註(2)若繁殖體數較少，可改採 2 倍稀釋樣品。

(2)將 A 加入 400 g 稀釋用砂，用力混勻後，置入 5 根穴植管（每根裝填 80 g）；各管即為 25 倍稀釋檢體（亦稱 5^{-2} 稀釋度檢體）。剩餘 100 g 25 倍稀釋檢體(B)可供後續稀釋。

5.2.2 種子滅菌

(1)挑選顆粒大小均一之百喜草、玉米或紅豆種子（依菌種特性擇定）。

(2)取適量 95%酒精倒入已滅菌的容器內，將種子完全浸入，輕輕轉動 2～3 分鐘，然後倒掉酒精。

(3)取適量 5%氯胺-T，將種子完全浸入，浸泡 30 分鐘。

(4)倒掉氯胺-T，以滅菌水清洗約 5 次，每次均需輕搖 2～3 分鐘，以除去種皮殘存之氯胺-T，以完成滅菌程序。

5.2.3 種子接種及種植

(1)浸種 2 小時後，將種子移至培養基，通常培養皿置於暗處，在 28℃下培養 1～3 天，待芽尖外露，即可供種植。挑選發芽種子時，應以手持式放大鏡，觀察種子四周是否有菌落生成，切勿使用被菌污染之種子。

(2)將發芽種子移至已接種之穴植管，並置於砂面上。然後覆蓋 1～3 cm 已滅菌之稀釋用砂，並加入 4.13 種子營養液，直到穴植管底部滲出營養液為止，再置於溫室或生長箱中培養 3～5 週。

(3)待營養葉伸展至 3～4 片時，即可採取植株全根系，並依 5.3.4 叢枝菌根菌染色法，觀測叢枝菌根菌是否形成。

5.2.4 叢枝菌根菌染色法

(1)將植株全根系以滅菌水洗淨後，剪成 1～2 cm，並置於適量 2.5%氫氧化鉀溶液中，浸泡時間依根系軟硬程度而異，約 48～72 小時。

(2)倒掉氫氧化鉀溶液，以滅菌水清洗約 3 次，每次均需輕搖 2～3 分鐘，以除去植根殘存之氫氧化鉀溶液。

(3)取適量 4.7 鹼性雙氧水，將根系完全置入，浸泡約 3 分鐘，然後倒掉雙氧水。

(4)取適量 1%鹽酸液，將根系完全浸入，浸泡約 1 小時，使根系酸化。然後倒掉鹽酸，並使其完全浸入 4.9 酸性品紅甘油染色劑至過夜。

(5)植根移入適量 4.10 脫色劑浸泡 2～3 天，每日均須更換脫色劑，直到脫色劑不顯現紅色，即移至載玻片或培養皿內，並在光學顯微鏡下觀測叢枝菌根菌是否形成，形成者記為正反應，未形成則記為負反應。

5.3 孢子數

5.3.1 稱取適量接種劑置於 2 L 塑膠量杯，加水浸濕 5 分鐘以上，以強勁水流沖洗接種劑，待接近滿水位時靜置 10～15 秒，然後將上層液倒入 3.13 篩網組中。

5.3.2 重複 5.3.1 步驟 3 至 5 次，然後將篩出物以洗瓶方式洗入離心管。

5.3.3 加入適量水於離心管，攪拌後以 1,200～1,300 xg 離心 5 分鐘後，取下層沈積物，加入 40%蔗糖液，混勻後，以 1,200～1,300 xg 離心 1 分鐘。

5.3.4 將糖液倒入 400 mesh 篩網中，以清水將糖液洗淨，並將篩網內孢子移入培養皿中，再以解剖顯微鏡計算孢子數。

6.結果處理

6.1 繁殖體數：依最確數法測定，必須觀測三種連續稀釋度，將試驗結果依表 1 記錄，再依稀釋倍率為 10 倍、5 倍或 2 倍之五重複最確數表（詳如游離固氮菌(方法編號 AFS3182-1)之表 2、表 3、表 4），求得最確數繁殖體數。

表 1、MPN 試驗記錄範例

稀釋倍率	重複數					正反應試管數
	1	2	3	4	5	
5^1	+	+	+	+	+	5
5^2	+	+	–	+	+	4
5^3	+	–	–	+	+	3
5^4	–	–	+	–	–	1
5^5	–	–	–	–	–	0

表 1 呈現正結果試管數為 5-4-3-1-0，避免採用極端值，故採用 4-3-1 即 P_1（稀釋倍率 5^2）＝4、P_2（稀釋倍率 5^3）＝3、P_3（稀釋倍率 5^4）＝1，查 5 倍稀釋五重複最確數表（表 3），4-3-1 之值為 0.521，95%可信限度間隔因子為 2.58，故 MPN 值為 0.521×P_2 稀釋倍率＝0.521×5^3＝0.521×125 繁殖體數(個)/接種劑重量(g)。其 95%可信限度範圍計算如下：

0.521×2.58×125＝168 個繁殖體數/g 接種劑

0.521÷2.58×125＝25 個繁殖體數/g 接種劑

故本範例繁殖體數為 25 至 168 個/g 接種劑

6.2 孢子數 $N=\dfrac{\Sigma N}{W_1}$

N：孢子數（個/g 或 CFU/mL）

ΣN：總孢子數（個）

W_1：樣品重量(g)

(六)複合微生物肥料(方法編號 AFS3186-1)

1.適用範圍：複合微生物肥料中菌數及活性之測定。

2.用語釋義：至少混合豆科根瘤菌、游離固氮菌、溶磷菌、溶鉀菌和叢枝菌根菌等二菌種或二菌種以上之微生物肥料。

3.測定方法：依申請登記複合微生物肥料之菌種種類，依照豆科根瘤菌(方法編號 AFS3181-1)、游離固氮菌(方法編號 AFS3182-1)、溶磷菌(方法編號 AFS3183-1)、溶鉀菌(方法編號 AFS3184-1)及叢枝菌根菌(方法編號 AFS3185-1)，分別測定之。

微生物肥料其他登記主成分及有害成分

(一)登記成分不含有機質者依照化學肥料檢驗方法檢驗。

(二)登記成分含有機質者依照有機質肥料檢驗方法檢驗。

微生物肥料限制事項

(一)大腸桿菌群(方法編號 AFS3801-1)

1.適用範圍：微生物肥料及有機質肥料中大腸桿菌群之測定。

2.用語釋義：大腸桿菌群（Coliform Group）為一群好氧或兼性厭氧、不形成芽孢、能發酵乳糖的革蘭氏陰性桿菌，主要包括 *Citrobacter*、*Enterobacter*、*Escherichia* 及 *Klebsiella* 四個菌屬。

3.儀器與設備

3.1 高壓滅菌器：滅菌溫度可達 121℃（約 15 lb/in^2 或 1kg/cm^2）並能維持 15 分鐘以上者。

3.2 微量吸量管(Pipetman)及微量吸管尖(tip)：0.1 mL、1 mL、10 mL。

3.3 培養箱：溫度範圍±1.0℃。

3.4 冰箱：恆溫 4℃±1℃。

3.5 有蓋試管：15 mm×150 mm、18 mm×150 mm。

3.6 發酵管（Durham fermentation tube）：內徑 7×20 mm 或其它適當規格，使用時倒置於 15×150 mm 試管內。

3.7 接種用白金針或白金耳或丟棄式接種環（disposable inoculation loop）。

3.8 酸鹼度計：附一般電極及平面電極。

3.9 恆溫振盪培養箱：能維持內部溫差範圍±1.0℃以內者，且具往復式或迴轉式振盪器，用於稀釋瓶振盪及微生物生長之培養。

3.10 無菌操作台。

3.11 三角瓶：250 mL。

3.12 電子天平。

3.13 試管混合器。

4.試藥液製備

4.1 硫酸月桂胰蛋白腖培養液（Lauryl sulfate tryptose broth，簡稱 LST）

胰化蛋白腖（tryptose）	20 g
乳糖（lactose）	5.0 g
磷酸氫二鉀（(K_2HPO_4）	2.75 g
磷酸二氫鉀（KH_2PO_4）	2.75 g
氯化鈉（NaCl）	5.0 g
硫酸月桂酸鈉（sodium lauryl sulfate）	0.1 g
蒸餾水或去離子水	1000 mL

稱取各成分（或適量之商業製品），溶於蒸餾水或去離子水中，攪拌並輕微加熱，使完全溶解後，各取 10 mL 注入裝有發酵管之試管內，以 121℃滅菌 15 分鐘，最後 pH 值為 6.8±0.2。

4.2 煌綠乳糖膽汁培養液（Brilliant green lactose bile broth，簡稱 BGLB）

蛋白腖（peptone）	10.0 g
乳糖（lactose）	10.0 g
牛膽粉（Oxgall powder）	20.0 g
煌綠色試劑（Brilliant Green）	0.0133 g
蒸餾水或去離子水	1000 mL

稱取各成分（或適量之商業製品），溶於蒸餾水或去離子水中，攪拌並輕微加熱，使完全溶解後，各取 10 mL 注入裝有發酵管之試管內，以 121℃滅菌 15 分鐘，最後 pH 值為 6.8±0.2。

氯化鈉、磷酸二氫鉀、氫氧化鈉及鹽酸均採用試藥級，蛋白腖（peptone）採用微生物級。

4.3 稀釋液：生理食鹽水，將 8.5 g NaCl 溶解於蒸餾水中，然後稀釋定量成 1 L 後，在 121℃下，滅菌 15 分鐘，冷卻至室溫備用。

5.測定方法：

5.1 樣品貯存：樣品運抵檢驗單位後，立即貯存於 4℃±1℃之冰箱或依送樣者指定之樣品保存方式貯存，且必須於 3 天內進行菌數及活性測定。

5.2 檢液調製

5.2.1 取 20 mL 或 20 g 樣品，加入 80 mL 稀釋液中，即為 5 倍稀釋檢液（亦稱 5^{-1} 稀釋度檢液）。亦可根據樣品中大腸桿菌群之量，決定以 2 倍或 10 倍稀釋檢液進行分析。2 倍稀釋檢液（亦稱 2^{-1} 稀釋度檢液）為取 50 mL 或 50 g 樣品，加入 50 mL 稀釋液中；10 倍稀釋檢液（亦稱 10^{-1} 稀釋度檢液）為取 10 mL 或 10 g 樣品，加入 90 mL 稀釋液中。唯需注意 2 倍、5 倍及 10 倍稀釋有各自對應的最確數表，需參考正確最確數表以得到最後結果。

5.2.2 將內含 2、5 或 10 倍稀釋檢液之稀釋瓶置於恆溫振盪培養箱內，以 200 rpm 轉速振幅振盪 20 分鐘，使其混合均勻。

5.2.3 振盪後，以滅菌之微量吸量管取 2 mL 之 5 倍稀釋檢液，移入 8 mL 稀釋液中，並振盪均勻，即為 5^2 倍稀釋檢液（亦稱 5^{-2} 稀釋度檢液），以此方式依序作成一系列之 5^3、5^4 至 5^8 倍之稀釋檢液。2 倍稀釋檢液係以滅菌之微量吸量管取 5 mL 之 2 倍稀釋檢液，移入 5 mL 稀釋液中，並振盪均勻，即為 2^2 倍稀釋檢液（亦稱 2^{-2} 稀釋度檢液）。10 倍稀釋檢液係以滅菌之微量吸量管取 1 mL 之 10 倍稀釋檢液，移入 9 mL 稀釋液中，並振盪均勻，即為 10^2 倍稀釋檢液（亦稱 10^{-2} 稀釋度檢液），依序稀釋至所需稀釋度。

備考：上述稀釋程序需注意下列事項。

(A)將稀釋檢液放入稀釋液時，需置放在瓶（管）內一側，再吸取另一側尚未混入稀釋檢液之稀釋液，將微量吸管尖內壁所殘留之菌液，洗入同一瓶（管），本步驟需重覆 3 次。

(B)每支稀釋所用之微量吸管尖，只能用一次。

(C)各稀釋瓶預先標示稀釋度與樣品代號。

(D)已稀釋及未稀釋之稀釋瓶應分兩邊放置，避免重複稀釋。

(E)經稀釋之樣品應立即培養。

5.2.4 依每一樣品需至少準備 8 種連續稀釋度，且每一稀釋度需做五重複測試（即 5 管）。

5.2.5 各試管應標示樣品代號、稀釋度、培養日期。

5.3 鑑別試驗

5.3.1 推定試驗：5.2 稀釋檢液、原液充分振搖、混合均勻後，分別吸取 1 mL 接種於已裝有硫酸月桂酸胰化蛋白腖培養液（LST）試管中。每稀釋檢液各接種 5 支，自檢液調製至此步驟應於 15 分鐘內完成，置於 35℃培養箱 24±2 小時，觀察是否產生氣體；未產生氣體者，繼續培養 24 小時。若仍無氣體產生，即為大腸桿菌群陰性；產生氣體者，則為可疑大腸桿菌群陽性。

5.3.2 確定試驗：由 5.3.1 產生氣體之每一試管中取一白金耳量培養液或是 30 µL 培養液，接種於另一支煌綠乳糖膽汁培養液（BGLB）於 35℃培養箱 18～22 小時，觀察是否產生氣體：未產生氣體者，繼續培養 24 小時，若仍無氣體產生者即為大腸桿菌群陰性：產生氣體者，則判定為大腸桿菌群陽性。

6.結果處理

6.1 最確數（most probable number；MPN）：由 5.3.2 煌綠乳糖膽汁培養液（BGLB）確定為大腸桿菌群陽性者，推算 5.3.1 各階硫酸月桂酸胰化蛋白腖培養液（LST）大腸桿菌群陽性之試管數，利用最確數表，推算出大腸桿菌群之最確數（MPN/g 或 MPN/mL）。

6.2 最確數表的使用說明：必須觀測三種連續稀釋度，將試驗結果依表 1 記錄，再依稀釋倍率為 10 倍、5 倍或 2 倍之五重複最確數表（表 2、表 3、表 4），求得最確數菌數。表 1 至表 4 同游離固氮菌(方法編號 AFS3182-1)。

(二)雜菌率(方法編號 AFS3802-1)

1.適用範圍：微生物肥料中雜菌率之測定。

2.用語釋義：雜菌係指不屬於微生物肥料菌種（豆科根瘤菌、游離固氮菌、溶磷菌、溶鉀菌和叢枝菌根菌等）之其他微生物。

3.儀器與設備

3.1 高壓滅菌器：滅菌溫度可達 121℃（約 15 lb/in^2 或 $1kg/cm^2$）並能維持 15 分鐘以上者。

3.2 電子天平。

3.3 有蓋試管：18 mm×150 mm。

3.4 恆溫振盪培養箱：能維持內部溫差範圍±1.0℃以內者，且具往復式或迴轉式振盪器，用於稀釋瓶振盪及微生物生長之培養。

3.5 試管混合器。

3.6 微量吸量管(Pipetman)及微量吸管尖(tip)：0.1 mL、1 mL、10 mL。

3.7 水浴槽。

3.8 玻璃塗抹棒：直徑 3 mm 圓玻棒，前端彎曲成三角形，邊寬為 40～50 mm。

3.9 培養皿：直徑 9 cm。

3.10 無菌操作台。

3.11 培養箱：溫度範圍±1.0℃。

3.12 三角瓶：250 mL。

3.13 酸鹼度計：附一般電極及平面電極。

3.14 菌落計數器。

3.15 冰箱：恆溫 4℃±1℃。

4.試藥液製備

4.1 培養基：依微生物肥料檢驗方法(一)豆科根瘤菌肥料之測定、(二)游離固氮菌肥料之測定、(三)溶磷菌肥料之測定、(四)溶鉀菌肥料之測定及(五)叢枝菌根菌肥料之測定。

4.2 稀釋液：生理食鹽水，將 8.5 g NaCl 溶解於蒸餾水中，然後稀釋定量成 1 L 後，在 121℃下，滅菌 15 分鐘備用。

5.測定方法：依 4.1 培養基，以十倍連續稀釋（ten fold dilution series）進行檢液調製，並製備微生物培養基。利用平板測數法（plate counting technique）時，依菌落特徵判定雜菌數，計算微生物肥料雜菌率。

6.結果處理

$$雜菌率\ A(\%) = \frac{N}{N + N_x} \times 100\%$$

A：雜菌率

N：雜菌數

N_x：特定菌數

微生物肥料菌種鑑定

(一)核醣體 DNA 序列(方法編號 AFS3001-1)

1.適用範圍：微生物肥料中菌種之核醣體 DNA 序列分析。

2.用語釋義

2.1 微生物菌種：包括細菌、放線菌、真菌及酵母菌等各類微生物。

2.2 核醣體 DNA：包括細菌小次單元 16S 核醣體 DNA、放線菌小次單元 16S 核醣體 DNA、真菌小次單元 18S 核醣體 DNA 與酵母菌大次單元 26S 核醣體 DNA。

3.儀器與設備

3.1 無菌操作台。

3.2 高壓滅菌器：滅菌溫度可達 121℃（約 15 lb/in^2 或 $1kg/cm^2$）並能維持 15 分鐘以上者。

3.3 恆溫振盪培養箱：能維持內部溫差範圍±1.0℃以內者，且具往復式或迴轉式振盪器，用於稀釋瓶振盪及微生物生長之培養。

3.4 微量吸量管(Pipetman)及微量吸管尖(tip)：0.1 mL、1 mL、10 mL。

3.5 微量離心管。

3.6 振盪旋轉盤。

3.7 水浴槽。

3.8 桌上型低轉速離心器（≦7000 rpm）。

3.9 冰箱：恆溫 4℃±1℃。

3.10 刀片。

3.11 PCR 管。

3.12 定序小管。

3.13 可控溫高速微量離心機。

3.14 核酸電泳設備，內含核酸電泳槽及核酸電泳膠片製作配件。
3.15 聚合酶連鎖反應熱循環機（Polymerase Chain Reaction Thermocycler）。
3.16 核酸定序儀。

4.試藥液製備

4.1 菌種培養製備

4.1.1 肉汁培養基（Nutrient broth，簡稱 NB）成分如下

Peptic digest of animal tissue	5.0 g
NaCl	5.0 g
Beef extract	1.5 g
Yeast extract	1.5 g

稱取 13 g NB 粉末溶入 1000 mL 蒸餾水中，殺菌前先以 1 M NaOH 或 HCl 將 pH 調整為 7.4±0.2，再於 121℃下，滅菌 15 分鐘。NB 培養基中外加 17 g/L 瓊脂後為 NA 培養基。

4.1.2 胰蛋白酶大豆分解汁培養基（Tryptic soy broth，簡稱 TSB）成分如下：

Pancreatic digest of casein	17.0 g
Enzymatic digest of soybean meal	3.0 g
Dextrose	2.5 g
NaCl	5.0 g
K_2HPO_4	2.5 g

稱取 30 g TSB 粉末溶入 1000 mL 蒸餾水中，殺菌前先以 1 M NaOH 或 HCl 將 pH 調整為 7.3±0.2，再於 121℃下，滅菌 15 分鐘。

4.2 菌體染色體 DNA 分離之試藥

4.2.1 Microbial genomic DNA isolation kit，內含 MicroBead Solution，Microbead tube，Solution 1，Solution 2，Solution 3，Solution 4，Solution 5，spin filter。

4.2.2 電泳膠片：0.8～1.5% agarose（瓊脂醣），以去離子水配製。

4.2.3 螢光染劑：如無毒 SafeView 溶液或其他適當之螢光染劑。

4.2.4 λDNA/Himd III diest marker。

4.2.5 100 bp DNA ladder marker。

4.3 核醣體 DNA 片段以 PCR 增殖及回收純化之試藥

4.3.1 細菌與放線菌泛用性引子(primer)：10 pmol/μL。

引子 1F: 5’ GAG TTT GAT CAT GGC TCA G 3’(即對應 *E.coil* 16S rDNA 核苷酸位置 9-27）

引子 3F: 5’ CCT ACG GGA GGC AGC AG 3’(即對應 *E.coil* 16S rDNA 核苷酸位置 341-357）

引子 4F: 5’ GTG CCA GCA GCC GCG GTA A 3’(即對應 *E.coil* 16S rDNA 核苷酸位置 515-533）

引子 4R: 5’ TTA CCG CGG CTG CTG GCA C 3’(即對應 *E.coil* 16S rDNA 核苷酸位置 533-515）

引子 5F: 5’ AAA CTC AAA TGA ATT GAC GGG G 3’(即對應 *E.coil* 16S rDNA 核苷酸位置 907-928）

引子 9R: 5’ AAG GAG GTG ATC CAA CCG CA 3’（即對應 *E.coil* 16S rDNA 核苷酸位置 1541-1522）

4.3.2 真菌泛用性引子：10 pmol/μL。

引子 NS1: 5’GTAGT CATAT GCTTG TCTC 3’

引子 NS8: 5’TCCGC AGGTT CACCT ACGGA 3’

4.3.3 酵母菌泛用性引子：10 pmol/μL。
引子 NL-1: 5’ GCA TAT CAA TAA GCG GAG GAA AAG 3’
引子 NL-2A: 5’ CTT GTT CGC TAT CGG TCT C 3’
引子 NL-3A: 5’ GAG ACC GAT AGC GAA CAA G 3’
引子 NL-4A: 5’ GGT CCG TGT TTC AAG ACG G 3’
4.3.4 Taq DNA 聚合酶：250 U（5U/μL）。
4.3.5 dNTPs：25 mM。
4.3.6 聚合酶緩衝溶液。
4.3.7 Gel extraction kit，內含 Buffer 1, Buffer 2, Buffer 3, spin column, collection tube。
4.3.8 Isopropanol（異丙醇）：濃度≧99.8%。
4.4 核醣體 DNA 片段螢光終止循環反應之試藥：Bigdye terminator cycle sequencing kit。
4.5 以酒精沈澱法純化 PCR 產物之試藥。
4.5.1 3 M 醋酸鈉：溶解 24.6 g 醋酸鈉於 100 mL 蒸餾水。
4.5.2 100%酒精。
4.5.3 Formamide。
4.6 核酸序列分析及結果判讀之程式及資料庫
4.6.1 巨分子序列分析軟體 GCG Wisconsin Package：http://bioinfo.nhri.org.tw/gcg/index.htm。
4.6.2 核酸序列資料庫 NCBI GenBank：http://blast.ncbi.nlm.nih.gov/Blast.cgi。
5.步驟
5.1 菌體之染色體 DNA 分離
5.1.1 先將已純化或低溫保存之菌體樣品，以 NB 或 TSB 液體培養基於 30℃下繁殖 48 小時後，進行十倍連續稀釋。取 1 mL 樣品與 9 mL 滅菌水混合，製備 10^{-1}～10^{-8} 濃度之稀釋液，再取 100 μL 稀釋液，均勻塗抹於 NA 培養基中，於 30℃下恆溫培養約 3～7 日。
5.1.2 挑選單一菌落後，至少進行三次畫線分離，確定挑選之菌株為純系培養。
5.1.3 將挑選之純系培養菌株分別接種至 5 mL 之 NB 或 TSB 液體培養基中，於 30℃、轉速 180 rpm 之恆溫振盪條件下，培養 48 小時。
5.1.4 取 1.8 mL 之上述菌液加入一個經滅菌之 2 mL 微量離心管中，再將微量離心管置入可控溫高速微量離心機中，於 4℃、10,000xg 之條件下高速離心 30 秒，將菌體離心至微量離心管之管壁上。
5.1.5 倒掉培養液後，再於 4℃、10,000xg 之條件下高速離心 30 秒，以微量吸取器小心移除殘留之上清液。
5.1.6 加入 300 μL MicroBead Solution，將黏附於管壁之菌體沖起並輕微振盪，再將溶液連同菌體移至 MicroBead tube 中。
5.1.7 加入 50 μL Solution 1 於 MicroBead tube 中。
5.1.8 將 MicroBead tube 置於水浴槽中，以 70℃加熱 10 分鐘。
5.1.9 將 MicroBead tube 置於振盪旋轉盤上，調整轉速至最大刻度 10 後振盪 10 分鐘。
5.1.10 將 MicroBead tube 置於微量離心機中，並以 10,000xg 離心 30 秒。
5.1.11 以微量吸取器將上清液移至一新的 2 mL 微量離心管中，加入 100 μL Solution 2 於微量離心管中，上下搖動 5 秒，使其與上清液充分混合，

並置於 4℃條件下 5 分鐘。

5.1.12 將微量離心管置於微量離心機中，並以 10,000xg 離心 1 分鐘。

5.1.13 以微量吸取器將上清液移至一新的 2 mL 微量離心管中，加入 900 µL Solution 3 於微量離心管中，上下搖動 5 秒，使其與上清液充分混合。

5.1.14 取 700 µL 上述混合液，並移至含有 spin filter 之微量離心管，並將微量離心管置於微量離心機中，以 10,000xg 離心 30 秒。

5.1.15 將微量離心管中蒐集之濾液倒掉後，再將剩餘混合液 700 µL 移至含有 spin filter 之相同微量離心管，並將微量離心管置於微量離心機中，以 10,000xg 離心 30 秒後，再倒掉濾液。

5.1.16 加入 300 µL Solution 4 於上述之微量離心管的 spin filter 上，並將微量離心管置於微量離心機中，以 10,000xg 離心 30 秒。

5.1.17 將微量離心管中蒐集之濾液倒掉後，再將微量離心管置於微量離心機中，以 10,000xg 離心 1 分鐘後，再去除殘液。

5.1.18 將 spin filter 移至一新的 2 mL 微量離心管中，加入 50 µL Solution 5 於 spin filter 中央。

5.1.19 將含有 spin filter 之微量離心管置於微量離心機後，以 10,000xg 離心 30 秒，將 spin filter 取出後，此時微量離心管中的濾液即含有萃取之染色體 DNA，將含有染色體 DNA 之離心管儲存於-20℃冰箱中，以供 PCR 增殖核醣體 DNA 用。

5.1.20 染色體 DNA 片段大小及濃度之判定：取 2 µL 上述萃取之染色體 DNA，另與 2 µL λ DNA/HindⅢ digest marker 作為判斷 DNA 片段大小之標準品，分別注入電泳膠片中的孔穴後，於 50 V 之電壓條件下進行電泳 30 分鐘，再將電泳膠片放入螢光染劑進行染色體 DNA 之染色，染色後以 254 nm 波長之 UV 光激發後與標準品比較後可判讀染色體 DNA 片段大小及亮度作為濃度之估算，以供核醣體 DNA 之 PCR 增殖過程中染色體 DNA 用量。

5.2 核醣體 DNA 片段以 PCR 增殖及回收純化

5.2.1 PCR 增殖前準備：將引子回溶後，以桌上型低轉速離心器離心 3～5 秒後，放置冰上備用。

5.2.2 聚合酶連鎖反應熱循環機 PCR 增殖條件設定：最初變性 95℃，5 分鐘，變性 95℃，1 分鐘、黏接 50℃，1 分鐘 30 秒、延展 72℃，2 分鐘、變性至延展進行 35 個循環反應，最終延展 72℃，7 分鐘。

5.2.3 PCR 增殖：細菌/放線菌之染色體 DNA 採用 2 µL 引子 1F 與 2 µL 引子 9R，真菌之染色體 DNA 採用 2 µL 引子 NS1 與 2 µL 引子 NS8，若為酵母菌之染色體 DNA 則採用 2 µL 引子 NL-1 與 2 µL 引子 NL-4，再加入 0.3 µL Taq DNA 聚合酶，2 µL dNTPs，2.5 µL 之聚合酶緩衝溶液及測試菌株之染色體 DNA（5.1.19）約 20–50 ng 濃度於 PCR 管中，最後添加去離子水使總體積為 25 µL，置入已設定條件（5.2.2）之聚合酶連鎖反應熱循環機中，進行 PCR 增殖，最後將 PCR 增殖後之核醣體 DNA 儲存於-20℃冰箱中備用。

5.2.4 將上述 PCR 增殖之產物取 25 µL，另與 5 µL 100 bp DNA ladder marker 作為判斷 DNA 片段大小之標準品，分別注入電泳膠片中的孔穴後，於 50 V 之電壓條件下進行電泳 30 分鐘，再將電泳膠片放入螢光染劑進行核醣體 DNA 之染色，判讀存在於電泳膠片中之核醣體 DNA 位置。

5.2.5 利用刀片將電泳膠片中含有核醣體 DNA 片段位置的膠切下（儘量縮小所切割的膠片體積）。

5.2.6 將所切下的小膠條放入一新的微量離心管中並秤重（先秤微量離心管的重量再扣除即可）後，再以小膠條的重量 mg 換算為體積 µL（如小膠條 100 mg 相當於體積 100 µL），加入相當於 3 倍小膠條體積的 Buffer 1 於微量離心管中。

5.2.7 將微量離心管放入水浴槽中以 50℃水浴 10 分鐘，且每 3 分鐘取出振盪 5 秒，直到小膠條完全溶解。

5.2.8 確定以 Buffer 1 完全溶解後溶液顏色仍為黃色，若呈橘紅色或紫色則加入 10 µL 3M 醋酸鈉並混合均勻使溶液呈黃色。

5.2.9 加入相當於 1 倍小膠條體積的 isopropanol 至已溶出的核醣體 DNA 樣品中並混合均勻。

5.2.10 將 spin column 放入 2 mL collection tube 中。

5.2.11 將核醣體 DNA 樣品加入 spin column 中後，以 10,000xg 離心 1 分鐘，若樣品超過 800 µL 時分成兩次離心。

5.2.12 倒掉濾液後將 spin column 放回原來的 collection tube 中。

5.2.13 加入 0.5 mL Buffer 1 至 spin column 中，離心 1 分鐘。

5.2.14 加入 0.75 mL Buffer 2 至 spin column 中，靜置 5 分鐘後離心 1 分鐘。

5.2.15 倒掉濾液後再以 10,000xg 離心一次，清除殘液。

5.2.16 將 spin column 放到新的 1.5 mL 微量離心管中。

5.2.17 加入 50 µL Buffer 3 至 spin column 中，靜置 1 分鐘後，離心 1 分鐘，所收集的濾液即含有已純化之核醣體 DNA。

5.2.18 將已純化之核醣體 DNA 儲存於-20℃冰箱中，以供核醣體 DNA 片段螢光終止循環反應用。

5.2.19 PCR 增殖之產物片段大小及濃度之判定：將上述已純化之核醣體 DNA 取 5 µL，另與 5 µL 100 bp DNA ladder marker 作為判斷 DNA 片段大小之標準品，分別注入電泳膠片中的孔穴後，於 50 V 之電壓條件下進行電泳 30 分鐘，再將電泳膠片放入螢光染劑進行核醣體 DNA 之染色，以 254 nm 波長之 UV 光激發後與標準品比較後可判讀已純化之核醣體 DNA 片段大小及亮度作為濃度之估算，以供核醣體 DNA 片段螢光終止循環反應用量。

5.3 核醣體 DNA 片段螢光終止循環反應

5.3.1 聚合酶連鎖反應熱循環機 PCR 增殖條件設定：條件為最初變性 95℃，2 分鐘，變性 94℃，30 秒、黏接 60℃，25 秒、延展 72℃，4 分鐘 20 秒、變性至延展進行 35 循環。

5.3.2 將已純化之核醣體 DNA（上述 5.2.18 之 DNA）約 20～40 ng 與 4 µL 螢光標定物 Bigdye 試劑（Bigdye terminator cycle sequencing kit）混合，定序引子 0.5 µL 與去離子水於 PCR 管中，使總體積為 20 µL，細菌/放線菌之定序引子包括 3F、4R、4F 及 5F，真菌之定序引子包括 NS1、NS8，酵母菌定序引子包括 NL-1、NL-2A、NL-3A 及 NL-4，獲得核醣體 DNA 不同區域之 DNA 序列。將上述之 PCR 管置入聚合酶連鎖反應熱循環機，進行螢光標定之熱循環定序反應，最後將已標定螢光之核醣體 DNA 直接進行下列酒精沉澱純化。

5.4 以酒精沉澱法純化已標定螢光之核醣體 DNA

5.4.1 將已標定螢光之核醣體 DNA 與 100 µL 100%酒精與 2 µL 醋酸鈉溶液混合均勻，放置室溫 15 分鐘（須避光）。

5.4.2 於 4℃下以 10,000xg 離心 20 分鐘。

5.4.3 倒掉上清液後，加入 250 µL 70%酒精清洗 DNA（輕微振盪）。

5.4.4 於 4℃下以 10,000xg 離心 5 分鐘。

5.4.5 倒掉上清液後，置於無菌操作台內吹風至少 5 分鐘，直至酒精完全揮發。

5.4.6 以 12 µL formamide 回溶已標定螢光之核醣體 DNA。

5.4.7 將含有已標定螢光之核醣體 DNA 之微量離心管置於水浴槽中，以 100℃水浴 2 分鐘後，放置於冰上 5 分鐘。

5.4.8 將 12 µL 之已標定螢光之核醣體 DNA 溶液移至定序小管中，並將定序小管置於核酸定序儀內。

5.5 核醣體 DNA 序列比對及微生物鑑定結果判讀

5.5.1 利用核酸定序儀進行螢光偵測與核苷酸鹼基判讀，獲得核醣體 DNA 不同區域之 DNA 序列。

5.5.2 利用巨分子序列資料庫檢索及分析軟體 GCG Wisconsin Package，以 FAS（fragment assembly system）程式，將核醣體 DNA 不同區域之 DNA 序列組合成一連續體（contig）。

5.5.3 將上述已組合之核醣體 DNA 序列，利用核酸序列資料庫 NCBI GenBank 之 BLAST-[blastn]軟體，與資料庫中已知菌種之核醣體序列進行比對，所得之序列相似度以作為微生物鑑定之判讀依據。