



农业环境科学 与技术实验教程

NONGYE HUANJING KEXUE
YU JISHU SHIYAN JIAOCHENG



种云霄 主 编
龙新宪 余光伟 副主编

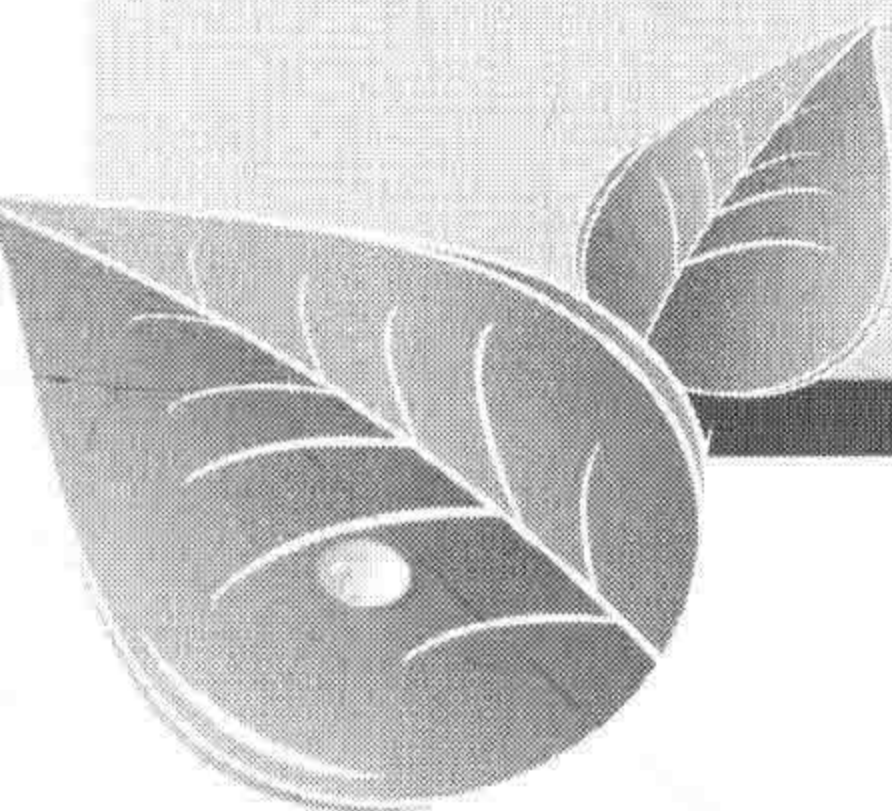


化学工业出版社



农业环境科学 与技术实验教程

NONGYE HUANJING KEXUE
YU JISHU SHIYAN JIAOCHENG



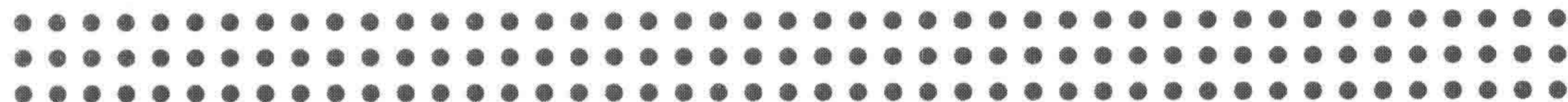
种云霄 主 编

龙新宪 余光伟 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·



本书分三篇十一章，主要介绍了土壤污染防治、农作物安全等方面的基本技能实验，以及融合多个基本技能的综合实验，如土壤样品采集、性质及污染物测定等；并结合一些最新农业环境科学研究进展所开设的设计性实验项目，如利用硝化抑制剂防治农业面源、重金属污染土壤的治理等。

本书可供高等学校环境科学与工程、土壤工程、生物工程及相关专业师生参考，也可供从事农业环境污染物分析及控制等领域的工程技术人员、科研人员和管理人员参阅。

图书在版编目 (CIP) 数据

农业环境科学与技术实验教程/种云霄主编. —北京: 化学工业出版社, 2016. 4

ISBN 978-7-122-26129-8

I. ①农… II. ①种… III. ①农业环境-环境科学-科学实验-教材 IV. ①X322-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 013140 号

责任编辑: 刘兴春 刘 婧

装帧设计: 孙远博

责任校对: 王素芹

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 刷: 北京永鑫印刷有限责任公司

装 订: 三河市宇新装订厂

710mm×1000mm 1/16 印张 13½ 字数 248 千字 2016 年 5 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 48.00 元

版权所有 违者必究

前言

我国以往的环境专业人才培养过程中，更多侧重工业和城市环境污染防治技能的掌握，而农业环境污染防治专业技能的培养，一直是薄弱环节，同时也缺少系统全面的教材。但目前，随着农业环境问题日益突出，具备相关技能的环境专业人才已经成为社会的急需。基于此，本教材系统和全面地介绍了农业环境科学与技术技能培训相关的实验项目，为从实践环节培养学生的农业环境污染防治技能提供支撑。

在本教材中，根据农业环境污染防治技术所涉及的 3 个层次实验技能，将所有实验项目相应地分为三篇。第一篇是基本技能实验，主要是开展农业环境污染防治技术应用及研究所需的基本技能，包括农田土壤、灌溉水、农作物 3 类农业生产重要因素环境污染相关的特性分析，各单项实验内容主体是污染物的分析，主要参考相应的国家标准、规范或经典的土壤化学、微生物分析方法与步骤，从中选取高校教学实验室能够开展而且操作相对比较安全的实验方法，侧重学生基本实验技能的培养；第二篇是综合技能实验，主要是针对农业环境污染某方面具体问题的解决或研究所需的综合技能，各实验内容介绍的是目前农业环境污染防治领域已经相对成熟的技术方法，主要参考近年来农业环境污染防治方面相关研究成果，侧重培养学生对当前农业环境污染防治主要技术的掌握；第三篇是研究创新性实验，主要是选取目前农业环境污染防治领域正在开展的技术研究热点，各实验项目的目的是展示如何对农业环境污染防治中面临的问题开展研究，即如何设计实验、分析、阐述实验结果，重在培养学生创新、分析能力。

本书具有较强的系统性和针对性，可供高等学校环境科学、环境工程、资源环境科学及相关专业师生参考，也可供从事污染土壤修复、土壤环境质量调查、农业面源防治等农业环境污染防治行业技术人员参阅。

本书主要由华南农业大学资源环境学院环境科学与工程系多位师生共同编写完成，其中，种云霄任主编，龙新宪、余光伟任副主编，卫泽斌、许超、蔡全英 3 位老师提供了部分实验项目的资料，硕士研究生李弘、李颖芬等参与了资料整

理和内容编写工作，在此一并感谢。

限于编者水平和时间，书中不足和疏漏之处在所难免，敬请读者提出修改建议。

编者

2015 年 12 月

目 录

第一篇 基本技能实验	1
第一章 环境土壤样品分析	1
第一节 污染土壤样品采集、处理及制备	1
第二节 土壤物理性质分析	5
实验一 土壤水分、pH 值测定	5
实验二 土壤颗粒组成分析测定	7
第三节 土壤化学性质分析	14
实验一 土壤有机碳、腐殖质分析	14
实验二 土壤中氮（全氮、无机氮）分析	18
实验三 土壤中磷（全磷、无机磷分级）分析	25
实验四 土壤重金属污染物（铅、镉）的分析	29
实验五 土壤重金属污染物（铜、锌）的分析	32
实验六 土壤或底泥重金属污染物汞的分析	34
实验七 土壤类金属砷的分析	36
实验八 土壤残留有机氯农药分析	38
实验九 土壤残留有机磷农药分析	42
实验十 土壤阳离子交换量测定	45
第四节 土壤生物性质分析	47
实验一 土壤微生物多样性常规方法分析	47
实验二 土壤微生物多样性现代生物技术分析	53
实验三 土壤微生物总量测定	61
实验四 土壤酶的测定	65
第二章 农田灌溉及径流排水样品分析	75
第一节 样品采集、运输与保存	75
第二节 常规指标分析	79
实验一 pH 值和悬浮颗粒物总量分析	79

实验二	溶解性无机氮磷分析	81
实验三	颗粒态氮磷分析	85
第三节	污染物分析	89
实验一	颗粒及溶解态重金属（铅、镉、铜、锌）的分析	89
实验二	颗粒及溶解态重金属汞的分析	93
实验三	颗粒及溶解态类金属砷的分析	97
第四节	生物特性分析	101
实验一	病原微生物分析	101
第三章	农作物中污染物分析	106
第一节	农作物样品采集、处理及制备	106
第二节	农作物中无机污染物分析	109
实验一	蔬菜中硝酸盐、亚硝酸盐含量测定	109
实验二	稻米中重金属的分析测定	113
实验三	蔬菜中重金属污染物的分析	116
实验四	蔬菜中残留有机氯农药分析	119
实验五	蔬菜中残留有机磷和氨基甲酸酯农药快速检测	121
第二篇	综合技能实验	125
第四章	农业污染调查与评价	125
实验一	土壤污染调查与评价（选取代表性重金属）	125
实验二	农田灌溉水污染调查与评价	128
实验三	农产品质量安全调查与评价	130
第五章	污染物在农业生态系统中迁移转化	133
实验一	土壤对镉的吸附动力学、热力学实验	133
实验二	土壤中氮、磷植物营养物质淋溶实验	136
实验三	水生蔬菜对灌溉水中重金属的吸收富集	139
实验四	重金属超积累植物对土壤中镉的富集	141
实验五	重金属严重污染土壤的化学淋洗	144
实验六	土壤重金属化学固定	146
实验七	稻田土壤温室气体排放通量测定实验	147
实验八	有机污染物在土壤植物之间的迁移	150
第六章	污染物与土壤微生物相互作用	155
实验一	有机氯农药对土壤微生物多样性的影响	155
实验二	有机磷农药对土壤酶活性的影响	157

实验三 有机氯农药污染土壤中 DDT 降解菌的筛选、分离与纯化	159
第七章 农业废弃物处理与综合利用	162
实验一 禽畜粪便和秸秆好氧堆肥实验	162
实验二 利用生物滤池对堆肥挥发气体进行脱臭处理	164
实验三 秸秆和禽畜粪便厌氧发酵产沼气实验	168
第三篇 研究创新性实验	171
第八章 农业废弃物厌氧发酵速率的影响因素研究	171
第九章 重金属低积累农作物品种的筛选	174
第十章 硝化抑制剂对土壤氮素淋失的作用	177
第十一章 有机污染土壤修复植物筛选及修复机理研究	180
附录	183
附录 1 土壤质量词汇 (GB/T 18834—2002)	183
附录 2 土壤环境质量标准 (GB 15618—1995)	188
附录 3 温室蔬菜产地环境质量标准 (HJ/T 333—2006)	188
附录 4 食用农产品产地环境质量标准 (HJ/T 332—2006)	189
附录 5 展览会用地环境质量标准 (暂行) (HJ/T 350—2007)	190
附表 6 农田灌溉水质标准 (GB 5084—2005)	194
附录 7 渔业水质标准 (GB 11607—1989)	195
附录 8 食品安全国家标准: 食品中农药最大残留限量 (GB 2763—2014)	196
参考文献	207

第一篇 基本技能实验

第一章 环境土壤样品分析

第一节 污染土壤样品采集、处理及制备

土壤是由岩石风化而成的矿物质、土壤生物及生物残体腐解产生的有机质等固相物质形成的土壤颗粒和颗粒间隙中的水分、空气等组成，是一个气、固、液三相共存的非均质环境系统，形成受母质、气候、生物、地形和时间等多种因素的影响，具有多样性和复杂性。土壤的复杂性使得各种化学物质或污染物在其中的分布具有很强的不均一性，因为即使很小范围的土壤区域，由于人为的施肥、耕作或自然的水土流失等原因都会导致其中某些物质分布具有较大的局部差异。在对土壤环境污染的认识及控制修复的研究实践中，通过采集、分析小部分样品来了解一定面积土壤污染特征是所有土壤污染防治工作的必要步骤，因此土壤样品采集、处理及制备是土壤污染防治技术人才所必备的一项最关键的基本技能。

（一）实验目的

- （1）了解土壤中环境污染物分布的特点及影响因素。
- （2）掌握污染土壤样品采集、处理及制备的方法。

（二）实验原理

污染物在土壤中分布无论是纵向还是横向都是不均一的，对受污染土壤进行采样，需要兼顾均匀性和代表性原则，才能如实反映污染土壤客观特点。但污染物分布的不均匀性，给采样带来了较大的复杂性。采样方案需要科学地进行设计规划，才能最大限度地控制采样误差，客观反映所调查分析的土壤污染物的特点。

1. 采样点的选择

采样点要根据土壤污染的特点及调查研究目的确定。受污染土壤往往具有较明确的污染源——点源或线源，如工矿区域或交通道路。通常以污染源为核心，

在其周边根据污染物扩散特点先确定采样区域，如受矿山排污废水污染的农田土壤，则在下游区域污水灌溉范围内农田为采样区域；受工厂生产原料或产品污染的土地，则在工厂原料或产品较集中车间为核心，其周围一定范围为采样区域。较大面积区域内采样点的确定通常采用网格法，将整个采样区域网格化（划分成类似棋盘格的均等网格），并根据距离污染源远近设立不同密度的网格，然后分析用地类型，剔除非研究目标的网格，如村庄、工厂、河流、湖泊等，再在剩余网格中按对角线、S 路线或梅花图等（图 1-1）选择一定数量的网格作为采样点，在污染源及其附近区域采取高密度网格采样，在远离污染源区域适当降低采样密度，同一性程度高的地段可降低采样密度。在野外用最好 GPS 定位，找到样点的具体范围作为一个采样单元。

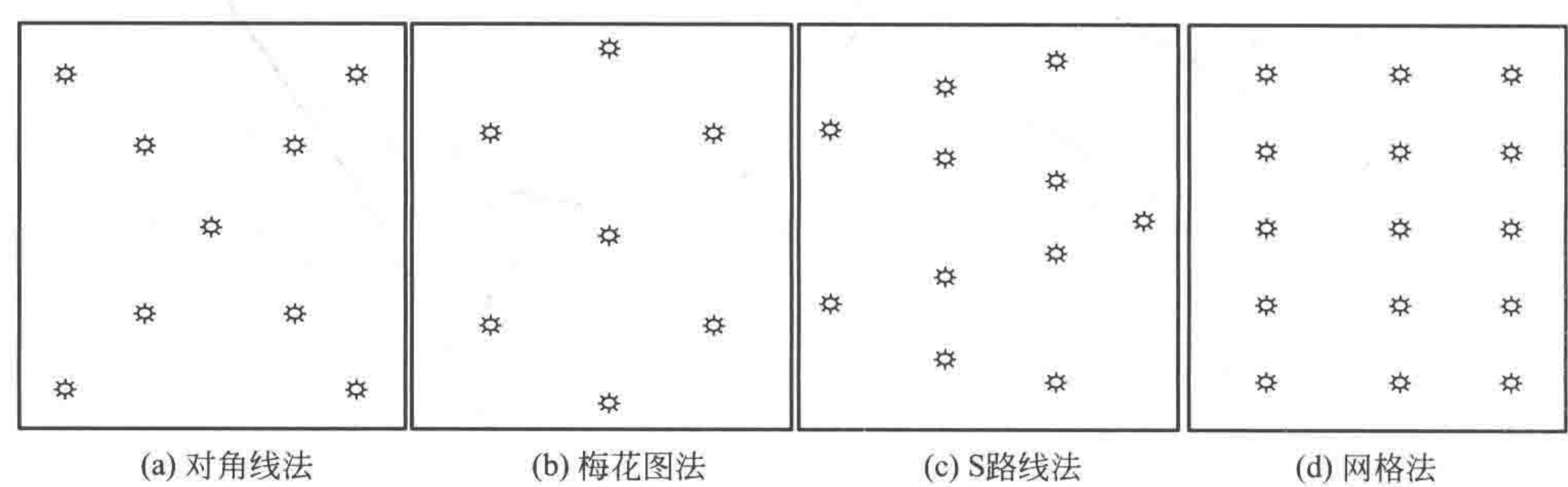


图 1-1 土壤常用四种布点方法

2. 混合土样采集

由于土壤的不均匀性，每个土壤颗粒都存在一定程度的变异，采集样品要按照一定的采样路线和“随机”多点混合原则，每个采样单元可同样按照对角线、S 路线或梅花图等采集土壤样品，采样路线上采集不少于 5 个点，具体按采样单元面积大小而定，越密集越能代表客观反映整个单元特征，各点采集后混合为一个样作为采样单元的土壤样品。

3. 采样深度和方法

采样深度应根据不同土壤类型及研究目的确定，若研究对农作物及居民影响，采集深度为 0~20cm，对地下水等影响则采集不同深度。每个采样点的取土深度及采样量应均匀一致，土样上层与下层的比例要相同。取样器应垂直于地面入土，深度相同。

4. 样品重量

一个混合土样以取土 1kg 左右为宜，如果样品数量太多，可用四分法（图 1-2）将多余的土壤弃去。方法是将采集的土壤样品放在盘子里或塑料布上，弄

碎、混匀，铺成四方形，画对角线将土样分成四份，把对角的两份分别合并成一份，保留一份，弃去一份。如果所得的样品依然很多，可再用四分法处理，直至所需数量为止。

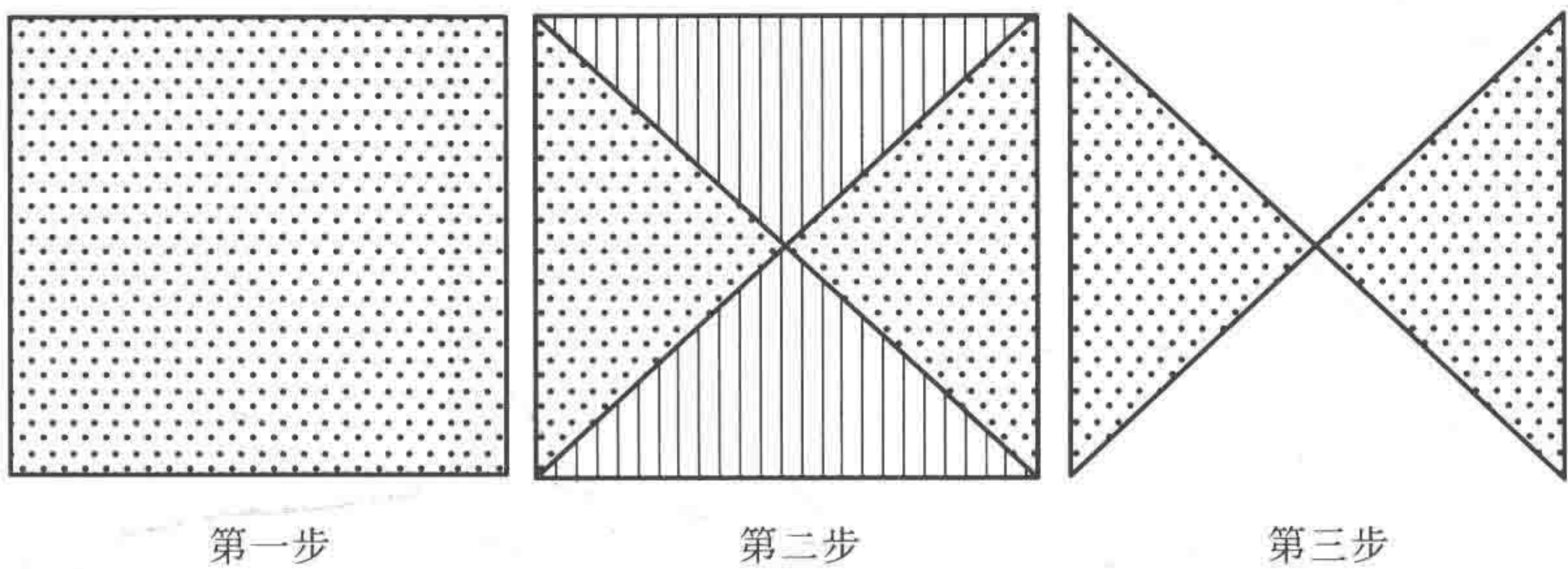


图 1-2 四分法取样步骤

5. 土壤样品处理

一些土壤通常具有较高的含水量，土壤颗粒黏结在一起，不利于保存和后续分析，因此采回土壤样品分析前通常需要摊晒在阴凉处自然通风，让含水量蒸发到一个相对稳定的水平，这个处理称为风干处理。但有时风干过程会影响土壤某些成分的测定，如氨氮，挥发性、半挥发性有机物等，若是这种情况可不采用风干处理，直接用新鲜土样按特定的方法进行前处理。

(三) 实验仪器与材料

(1) 采样工具 小土铲。

(2) 器材 GPS、照相机、卷尺、塑料和纸质样品袋、样品箱，孔径 2mm、0.25mm 和 0.15mm 的尼龙筛，研钵、木槌、木棍、木棒、聚乙烯薄膜、瓷盘、木盘等。

(3) 文具类 采集土壤区域地图或相关图件，样品标签、采样记录表、铅笔、资料夹等。

(四) 实验内容与步骤

1. 重金属污染农田土壤样点布设及样品采集

(1) 实验土壤采集区 在城郊工业区或矿山附近，受排放废水中重金属污染、面积 20km² 以上的农田区域。

(2) 样点布设 在采集目标的土地利用图上标出污染源，然后画出其污水排放下游区域 20km²（10km 长、2km 宽，或 5km 长、4km 宽，具体根据两岸农田、灌溉水渠分布确定）左右区域，整个区域划分成 1×1km² 的网格，将村庄、河流、工厂等非农田分布的网格剔除，剩余网格中靠近污染源 5km² 范围内，将网格细化为 0.5×1km² 的细网格，然后在此区域内画 S 路线，在路线上均等选择

10 个网格作为采样单元，远离污染源 5km² 范围内区域内同样画 S 路线，在路线上均等选择 5 个网格作为采样单元，对各采样点编号，并写出经纬度等地理信息。

(3) 样品采集 上述确定采样单元，选择一个进行样品实地采集练习，野外用 GPS 确定采样单元区域后，观察区域特征及周围典型参照物，然后根据采样点形状比例，画出区域草图，草图内画出可覆盖整个区域的 S 路线，在路线上均等确定 5 个具体地点作为该单元土壤样品采集点，并用 GPS 定位到具体地点，遇到不适宜采样的地点如灌溉沟、田间道路等，适当转移到附近 100m 内农田区域，每个采样点清理掉表层枯枝落叶，小土铲插入 5~10cm 深采出土壤样品随机选取 0.2kg 后装入塑料样品袋混匀。

(4) 采集记录 土壤采样的同时，由专人填写采样单元样品标签、采样记录 (表 1-1)；标签一式两份，一份放入每个采样单元样品袋中，一份系在袋口，标签上标注采样时间、地点、样品编号、监测项目、采样深度和经纬度，同时在采样记录本上画出采样示意图，并填写采样单元信息。采样结束，逐项检查采样记录、样袋标签和土壤样品，如有缺项和错误，及时补齐更正。将不需要土壤样品按原层回填到采样坑中，方可离开现场。

表 1-1 ××采样单元土壤采样记录表 (××年××月××日)

采样单元编号	地理信息 (经纬度)	在整个采样区域 分布特点	样点 数量	样点 深度	监测 项目	样点分布 示意图	场地关键 信息描述
1							

2. 样品处理与制备

采集土壤样品带回后先进行风干处理，在风干室将每个土样分别放置于风干盘（重金属污染土壤采用木盘，有机污染土壤采用瓷盘）中，摊成 2~3cm 的薄层，适时地用木槌压碎、翻动，拣出碎石、砂砾、植物残体等。

风干后的样品，在磨样室倒在木板或有机玻璃板上，用木槌敲打，用木滚、木棒、有机玻璃棒再次压碎，拣出杂质，混匀，并用四分法取压碎样，过孔径 2mm 尼龙筛。过筛后的样品全部置无色聚乙烯薄膜上，并充分搅拌混匀，再采用四分法取其两份；一份备存；另一份作样品的细磨用。

有机污染物（有机质）测定的土壤样品需要继续研磨，磨细到全部过孔径 0.25mm（60 目）筛；重金属污染物（土壤元素）测定的土壤样品则要研磨到全部过孔径 0.15mm（100 目）筛。

细磨研磨混匀后的样品，分别装于样品袋或样品瓶，填写土壤标签一式两份，瓶内或袋内一份，瓶外或袋外贴一份。

(五) 实验结果与分析

- (1) 写出采样方案 (包括网格图), 填写具体采样单元采样记录表。
- (2) 分析样品采集、制备过程中可能导致后续测定中人为误差的环节。

(六) 注意事项

- (1) 制样过程中, 采样时的土壤标签与土壤始终放在一起, 样品名称和编码始终不变。
- (2) 制样工具每处理一份样后擦抹 (洗) 干净, 严防交叉污染。

第二节 土壤物理性质分析

实验一 土壤水分、pH 值测定

水分和 pH 值是土壤的基本性质, 许多污染物的生物有效性及其迁移转化会受到水分和 pH 值的影响, 如许多重金属污染物在较高 pH 值时生物有效性就非常低, 因此对于土壤污染物研究分析, 了解土壤水分和 pH 值是前提。此外, 污染物分析工作中, 由于分析结果一般是以烘干土为基础表示的, 也需要测定湿土或风干土的水分含量, 以便进行分析结果的换算。

(一) 实验目的

- (1) 了解土壤水分和 pH 值测定方法原理。
- (2) 掌握土壤水分和 pH 值的测定方法。

(二) 实验原理

土壤水分的测定方法很多, 实验室一般采用酒精烘烤法、酒精烧失法和烘干法, 这里采用烘干法。适用于测定除石膏性土壤和有机土 (含有机质 20% 以上的土壤) 以外的各类土壤的水分含量。

将土样置于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的烘箱中烘至恒重, 即可使其所含水分 (包括吸湿水) 全部蒸发殆尽以此求算土壤水分含量。在此温度下, 有机质一般不致大量分解损失影响测定结果。

土壤 pH 值分水浸 pH 值和盐浸 pH 值, 前者是用蒸馏水浸提土壤测定的 pH 值, 代表土壤的活性酸度 (碱度), 后者是用某种盐溶液浸提测定的 pH 值, 大体上反映土壤的潜在酸。盐浸提液常用 1mol/L KCl 溶液或用 0.5mol/L CaCl_2 溶液, 在浸提土壤时, 其中的 K^+ 或 Ca^{2+} 即与胶体表面吸附的 Al^{3+} 和 H^+ 发生交换, 使其相当部分被交换进入溶液, 故盐浸 pH 值较水浸 pH 值低。

土壤 pH 值的测定方法包括比色法和电位法。电位法的精确度较高。pH 值误差约为 0.02 单位, 现已成为室内测定的常规方法。野外速测常用混合指示剂比色法, 其精确度较差, pH 值误差在 0.5 左右。

用 pH 计测定土壤悬浊液 pH 值时, 常用玻璃电极为指示电极, 甘汞电极为

参比电极。此二电极插入土壤悬浊液时构成一电池反应，其间产生一电位差，因参比电极的电位是固定的，故此电位差之大小取决于待测液的 H^+ 活度， H^+ 活度的负对数即为 pH 值，可在 pH 计上直接读出 pH 值。

(三) 实验仪器与材料

1. 实验器具

- (1) 土壤筛：孔径 1mm。
- (2) 铝盒：直径约 40mm，高约 20mm。
- (3) 100mL 玻璃烧杯。
- (4) 分析天平：感量为 0.001g 和 0.01g。
- (5) 小型电热恒温烘箱。
- (6) 干燥器：内盛无水氯化钙。
- (7) pH 计。

2. 实验药品与材料

(1) 标准缓冲溶液。

pH=4.01 标准缓冲溶液：10.21g 在 105℃ 烘过的苯二甲酸氢钾 ($KHC_8H_4O_4$ ，分析纯)，用蒸馏水溶解后定容至 1L。

pH=6.86 标准缓冲溶液：3.39g 在 50℃ 烘过的磷酸二氢钾 (KH_2PO_4 ，分析纯) 和 3.53g 无水磷酸氢二钠 (Na_2HPO_4 ，分析纯)，溶解于蒸馏水中后定容至 1L。

pH=9.18 标准缓冲溶液：3.80g 硼砂 ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ，分析纯) 溶于无二氧化碳的冷水中，定容至 1L。此溶液的 pH 易于变化，应注意保存。

(2) 野外采回风干土壤样品。

(四) 实验内容与步骤

1. 土壤水分测定

风干土壤样品，压碎，通过 1mm 筛，混合均匀后备用。

取小型铝盒（记号笔做好标记）在 105℃ 恒温箱中烘烤约 2h，移入干燥器内冷却至室温，称重，准确至 0.001g (m_0)。加风干土样约 5g 于铝盒中称重 (m_1)。将铝盒盖揭开，放在盒底下，置于已预热至 $(105 \pm 2)^\circ C$ 的烘箱中烘烤 6h。取出，盖好，移入干燥器内冷却至室温（需 20~30min），立即称重 (m_2)。

2. 土壤 pH 值测定

(1) 待测液的制备 称取通过 2mm 筛孔的风干土壤 10.00g 于 50mL 烧杯中，加入 25mL 无二氧化碳的水或氯化钙溶液（中性、石灰性或碱性土测定用）。用玻璃棒剧烈搅动 1~2min，静置 30min，此时应避免空气中氨或挥发性酸气体等的影响。

(2) 仪器校正 把电极插入与土壤浸提液 pH 值接近的缓冲溶液中, 使标准溶液的 pH 值与仪器标度上的 pH 值相一致。然后拿出电极, 用水冲洗、滤纸吸干后插入另一标准缓冲液中, 检查仪器的读数。最后移出电极、用水冲洗、滤纸吸干后待用。

(3) 测定 把电极插入土液中, 待读数稳定后, 记录待测液 pH 值。每个样品测完后, 立即用水冲洗电极, 并用干滤纸将水吸干再测定下一个样品。

(五) 实验结果与分析

(1) 根据以下公式计算测试土壤样品的含水率。

$$\text{水分} = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m_0} \times 100\%$$

式中 m_0 ——烘干空铝盒质量, g;

m_1 ——烘干前铝盒及土样质量, g;

m_2 ——烘干后铝盒及土样质量, g。

(2) 按下述 pH 误差控制原则记录下 pH 值。

允许偏差: 两次称样平行测定结果的允许差为 0.1pH; 室内严格掌握测定条件和方法时, 精密 pH 计允许差可降至 0.02pH。

(3) 分析测定过程中可能产生人为误差的环节。

(六) 注意事项

所有试剂, 除注明外, 皆为分析纯, 水指蒸馏水或去离子水, 其他实验相同。

土壤分析一般以烘干土计重, 但分析时又以湿土或风干土称重, 故需进行换算, 计算公式为: 应称取的湿土或风干土样重 = 所需烘干土样重 $\times$ (1 + 水分%)。

平行测定结果的相差, 水分小于 5% 的风干土样不得超过 0.2%, 水分为 5%~25% 的潮湿土样不得超过 0.3%, 水分大于 15% 的大粒 (粒径约 10mm) 黏重潮湿土样不得超过 0.7% (相当于相对差不大于 5%)。

土壤不要磨得过细, 以通过 2mm 孔径筛为宜。样品不立即测定时, 最好储存于有磨口的瓶中, 以免受大气中氨和其他挥发气体的影响。

加水或氯化钙后的平衡时间对测得的土壤 pH 值是有影响的, 且随土壤类型而异。平衡快者, 1min 即达平衡; 慢者可长达 1h。一般来说, 平衡 30min 是合适的。

实验二 土壤颗粒组成分析测定

矿物颗粒是土壤固体的基本物理组成, 由于成土母质不同和耕作、平整、施肥等人为因素的影响, 使得不仅不同区域的土壤颗粒主要组成和粒径大小有较大差别, 即使同一区域土壤颗粒之间主要组成和粒径大小也具有较高的不均一性。土壤的渗透性及污染物在土壤颗粒中的吸附等都与土壤颗粒性质密切相关, 进行

土壤污染相关研究，了解土壤的颗粒组成特性是重要前提。

（一）实验目的

- （1）了解吸管法测定土壤颗粒组成的原理。
- （2）掌握吸管法测定土壤颗粒的方法。

（二）实验原理

土壤颗粒分析，是把土粒按直径大小分成若干粒级，测出每一种粒级的百分数，从而求出整个土壤的颗粒组成。吸管法是土壤颗粒分析的主要方法，以斯托克斯（Stokes）方程为基础，利用颗粒在水中自由沉降特点，将不同直径的颗粒分开，再收集、烘干、称重，并计算各粒径颗粒含量百分数。对粒径较大的土壤（ $>0.25\text{mm}$ ）一般采用筛分法，逐级分离出来。对粒径较细的土粒（ $<0.1\text{mm}$ ）需要先把颗粒充分分散，然后让所有颗粒在一定体积水中自由沉降，根据斯托克斯方程，颗粒粒径越大沉降速度越快，利用方程可计算出某一粒径的颗粒沉降一定距离需要的时间。在规定时间内用吸管在该沉降距离处吸取一定体积的悬液，该悬液中所含土粒的直径基本都小于计算所确定的粒级直径。将吸出悬液烘干称重，计算百分数。各粒径颗粒依此进行计时、吸液、烘干、称重、计算等操作，就可把不同粒级的重量测定出来，再通过换算，计算出土壤中粒级土壤百分数，得出土壤的颗粒组成。

（三）实验仪器与材料

1. 实验器具

- （1）土壤颗粒分析吸管仪。
- （2）1000mL 量筒（沉降装置）。
- （3）土壤筛（1mm）、洗筛（0.25mm）。
- （4）500mL 三角瓶、250mL 高型烧杯、50mL 小烧杯、1000mL 和 100mL 容量瓶各 7 个、漏斗（内径 4cm、7cm 两种）、漏斗架、搅拌棒、100mL 小量筒、真空干燥器等。
- （5）天平：感量 0.0001g 和 0.01g。
- （6）电热板，计时器，温度计（ $\pm 0.1^\circ\text{C}$ ），小型电热恒温烘箱。

2. 实验药品与材料

化学纯试剂：氢氧化钠、草酸钠、六偏磷酸钠 $[(\text{NaPO}_3)_6]$ 、浓盐酸（37%）、过氧化氢、冰醋酸、1:1 氢氧化铵溶液、浓硝酸、硝酸银、异戊醇、浓硫酸（工业用）、野外采回风干土壤样品。

（四）实验内容与步骤

1. 实验溶液配制

- （1）0.5mol/L 氢氧化钠溶液：称取 20g 氢氧化钠，加水溶解后，定容至

1L, 摇匀。

(2) 0.25mol/L 草酸钠溶液: 称取 33.5g 草酸钠, 加水溶解后, 定量至 1L, 摇匀。

(3) 0.5mol/L 六偏磷酸钠溶液: 称取 51g 六偏磷酸钠, 加水溶解后, 定容至 1L, 摇匀。

(4) 0.2mol/L 盐酸溶液: 取浓盐酸 17mL, 用水稀释至 1L, 摇匀。

(5) 0.05mol/L 盐酸溶液: 取浓盐酸 5mL, 用水释至 1L, 摇匀。

(6) 10% 盐酸溶液: 取 10mL 浓盐酸, 加 90mL 水混合而成。

(7) 6% 过氧化氢溶液: 取 20mL 30% 过氧化氢, 再加 80mL 水混合而成。

(8) 10% 氢氧化铵溶液: 取 20mL 氢氧化铵溶液, 再加 80mL 水混合而成。

(9) 10% 醋酸溶液: 取 10mL 冰醋酸溶液, 再加 90mL 水混合均匀。

(10) 10% 硝酸溶液: 取 10mL 浓硝酸, 再加 90mL 水混合均匀。

(11) 4% 草酸溶液: 取 4g 草酸铵, 溶于 100mL 水中。

(12) 5% 硝酸银溶液: 称取 5g 硝酸银溶于 100mL 水中。

2. 测定步骤

(1) 样品处理。风干土样过 1mm 筛, 称取 10g (精确到 0.01g) 烘干至恒重, 得到干重, 作为各级土粒百分数计算的基础。另称 2 份, 每份 10g。

(2) >1mm 的砾石处理。将 >1mm 砾石放入 10~12cm 直径的蒸发皿内, 加水煮沸, 随时搅拌, 煮沸后弃去上部浑浊液, 再加水煮沸, 弃去上部浑浊液, 直至上部全为清水为止。将蒸发皿内石砾烘干称重, 而后通过 10mm 及 3mm 筛孔, 分级称重, 计算各粒级砾石百分数。

(3) 去除有机质。对于含大量有机质又需去除的样品, 则用过氧化氢去除有机质。其方法是将上述两份样品, 分别移入 250mL 高型烧杯中, 加少量蒸馏水, 使样品湿润。然后根据有机质量加入 6% 的过氧化氢, 并不断用玻璃棒搅拌, 有利于过氧化氢氧化有机质, 有机质氧化强烈时, 会产生大量气泡, 立即滴加戊醇消泡, 避免样品损失。如有机质过多, 必须用过氧化氢反复处理, 直至有机质完全氧化为止, 过量的过氧化氢用加热法排除。

(4) 去除碳酸盐。样品中含有碳酸盐时, 用盐酸脱钙。不断滴加 0.2mol/L 盐酸于高型烧杯中, 直至无气泡 (CO_2) 产生为止。为避免烧杯中盐酸浓度降低, 需要不断倾去上部清液, 然后继续加入 0.2mol/L 盐酸, 直至样品中所有碳酸盐全部分解。

(5) 经上述处理的样品, 还需用 0.5mol/L 盐酸过滤淋洗, 淋洗时应注意, 必须使上一次加入的盐酸滤干后, 再加盐酸, 这样可以缩短淋洗时间, 如此反复淋洗, 直至滤液中无钙离子反应为止。