

土壤肥料資料叢書

土壤肥料分析法



河南人民出版社

土壤肥料分析法

土壤肥料分析法

第二版

西南人民出版社

內 容 提 要

這本書分：土壤、肥料化學分析；土壤水分的物理測定兩大部分。突出地介紹了土壤肥分和肥料成分的測定方法，如土壤有機質、全氮量、有效磷、有效鉀的具體測定；也有肥料全氮量、骨粉與過磷酸鈣有效磷的測定等；同時還介紹了土壤容重與總孔隙度、自然含水量、田間最大持水量等的測定方法。可供各地在土壤、肥料分析工作中參考。

土壤肥料叢書

土壤肥料分析法

河南省農業科學研究所編

*

河南人民出版社出版（鄭州市行政區經五路）

河南省書刊出版業營業許可証出字第一號

地方國營新鄉印刷廠印刷 河南省新華書店發行

*

豫總書號：1914

787×1092 耗1/32.2 印張·48,000字

1959年9月第1版 1959年9月第1次印刷

印數：1—1,088冊

統一書號：T16105.162

定價：（7）0.20元

前 言

随着我省农业科学研究网的建立，各专、县农科所都要求掌握土壤、肥料分析鑑定方法。为滿足各地要求，并在分析时統一規程，把历年来有关土壤、肥料分析的經驗进行汇编，以供各专、县农科所土壤、肥料分析时参考。

本书所包括的内容主要有土壤、肥料的化学分析与土壤水分物理測定等。在分析方法的介紹上尽量作到操作具体、簡單易学，具有初中文化程度的工作人員就能掌握。

在汇编过程中，由于經驗缺乏，時間短促，差錯或欠妥之处在所难免，希讀者提出意見以便进一步修正。

編 者

1959年3月30日

目 錄

一、土壤、肥料化学分析

分析天平使用規程.....	(1)
土壤肥料分析样本的采取与处理方法.....	(2)
标准溶液的标定.....	(5)
土壤有机質的測定.....	(9)
土壤全氮量測定.....	(12)
土壤速效性氮的測定.....	(16)
土壤有效磷的測定.....	(18)
土壤有效磷的重量分析法.....	(20)
土壤有效鉀的測定.....	(22)
土壤有效鉀的容量分析法.....	(23)
土壤可溶鹽与水質鹽分析样的制备.....	(23)
肥料全氮量的測定.....	(29)
硫酸銨的游离硫酸測定.....	(31)
骨粉与磷礦粉的全磷測定(焦磷酸鎂重量法).....	(32)
骨粉与过磷酸鈣的有效磷測定.....	(34)
全鹽量的測定(即干物質总量).....	(36)

碳酸根与重碳酸根的测定—总检度..... (37)

氯根测定..... (38)

硫酸根测定..... (39)

(一)联苯胺容量法

(二)重量法

水溶性钙、镁的测定(托里龍法)..... (42)

如何掌握土壤速测法..... (43)

附. 北京制土壤养分速测箱的藥剂配制

二、土壤水分物理的测定

土壤容重与总孔隙度测定..... (49)

土壤自然含水量的测定..... (51)

田间最大持水量的测定..... (53)

土壤透水性 with 吸水速度的测定..... (55)

附件:

关于建立土壤、肥料简易分析室所需设备..... (58)

一、土壤、肥料化学分析

分析天平使用規程

分析天平是一种极为灵敏的称重仪器（有关分析天平的构造請参考說明书），其准确度、灵敏度及寿命长短决定于使用者是否爱惜。因此，每个使用者应本着爱护国家財富的共产主义精神，按照下列規程进行操作：

1. 出入天平室时必须关門关窗，行走、講話应輕低，并防止日光直射，以免室内空气和溫度发生波动。

2. 使用前首先测定天平的灵敏度（即核对至衡点），并检查砝碼是否完全，如不清洁可用軟毛刷擦淨灰尘，然后进行調整，使天平水平。

3. 絕不可使天平負載超过限度重量，在称大型物品前，必須先用粗天平称量。

4. 絕不許把湿物、热物、冰冷和不洁淨的物件放在天平托盘上，一些称物不能直接放在天平盘上称时，一定要放在玻璃紙、油光紙上或装在称量瓶、小燒杯、坩堝和表面皿中。易揮发及有腐蝕性的葯品，必須放在带盖之器皿中称量。

5. 当把被称物和砝碼放盘上或取下时，一定要事先把天平完全托住，同时在操作时除被称物和砝碼接触天平盘外，均不得与天平任何部分接触。

6. 被称物与砝碼必須放于托盘中央，以免天平盘动摇。

7. 开关天平門和旋轉升降柄时（特别是升降柄），应当

緩慢小心，使天平少受震動，使物體輕輕接觸平板。

8. 放物后即关门，在天平門完全关好后，再讀出摆动数记录結果。如为全电动天平，记录后应再校对一遍。

9. 砝碼必須无例外的用镊子夾取，在称量中应常用相同的砝碼，以減少誤差。称量完毕，将所用等量砝碼放回原处，不要交換位置。

10. 天平使用完毕后，再校正至零点，檢驗天平梁是否托住，砝碼是否取出，游碼是否从梁上取下，如系电动天平，可切断电源帶上布套。

土壤、肥料分析样本的采取与处理方法

在土壤分析研究中，样品采取与处理是一个极重要的工作，取样的正确与否关系着分析結果是否正确地反映出土壤、肥料养分含量多少的关键，一般分析样本总是少量的，而分析結果却应当对很大的土壤、肥料給以客觀的說明，如选取样本时，稍有粗心，即会导致很大的偏差。因此，在进行工作时，必須慎重，正确的选取取样的地点和数量。

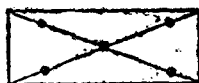
工具准备

土钻、紙袋、布袋、广口瓶、标签、筆記本、鋁盒、米尺。

采样的方法

1. 土壤：根据地形、地勢、肥分情况有下列几种：

(1) 对角綫取样法（又称为十字五点取样法）：适用于一般地勢平坦、地形端正、肥力散布比較均匀的田块。



(2)双十字取样法(又称为九点取样法):适用于地势平坦、地形端正而肥力分散不均匀的田块,具体作法如图:



(3)S形取样法:适用于地形不平、地形不端正的田块,具体作法如图:



2. 肥料:根据液体、固体的不同而采取不同方法:如系液体肥料时,先将其搅拌均匀后进行选取,如此反复进行数次,其次数的多少应依液体肥料数量多少而定,固体肥料应将不同位置的肥料,等量取出混合均匀,然后摊开,采用对角线五点取样法选取样本。

依照以上方法,将选取的样本装入布袋、铝盒或广口瓶中,并在标签及笔记本上,记下样本采取的地点、名称、深度、布袋号码、日期等事項,然后送入化验室。

土壤采样注意事項

1. 从一个人民公社生产队的整个土地看,取样前先要了解其土壤种类(砂土、两合土、黑土、壤土),地势高低等。同一种土壤在同一个地势条件下,可根据土地面积大小取5—10个样本。

2. 从一块农田来看,取样要注意土壤地力的差异程度,如地力差异大即要多取样,反之少取。

3. 取样时要注意最近2—3年内，前作物种类和施肥情况，如系試驗地必須按前茬与施肥不同划分为几个小区分别取样，在大面积土地上取样时，則在15亩以下的田块不单独考虑，可将其合并在隣近的一区。

4. 不要在靠近路边、地头、粪場地方取样。

5. 关于深度問題：对土壤氮、磷、鉀等項目的測定，可分为地表以下0—20与20—50厘米。

6. 多大面积取一个样，在目前还没有一个很完善的规定。苏联不超过150亩旧耕地取一个土样，新开地不超过90—100亩。200—300平方米的試驗地选择3—5个点取样混合。

7. 記載人民公社生产队名称、地点、方位、取样深度等項目。

样本的处理

1. 土壤样本的处理：

将运入化驗室的样本，平鋪在玻璃板或木板上，上面盖紙放置2—3天进行风干。在放置期間随时攪动，还有团块用手捻碎。

在风干土的上面，划出許多点，每点取一撮約400—500克放入玻璃瓶或厚紙盒，然后除去样本内的其他物体，如石块、作物殘叶、昆虫殘体和鉄、錳結核等，再放瓷研鉢内，用帶木柄的杵在研鉢中研碎，通过1毫米的篩子，直到全部細粒都过篩，篩上仅余碎石为止。然后将篩的細粒分为两半一份留供物理与盐分分析，一份再繼續研碎，通过0.25毫米篩孔，另装一广口瓶中固塞，供化学分析。

2. 有机質肥料、堆廐肥、腐熟餅肥样本的处理：

先将肥料均匀的摊在培养皿中，再加20%酒石酸，边加边

用玻棒攪拌，直到全部肥料濕潤為止，然後烘乾，去其雜質，再研成細末，通過0.25毫米的篩孔裝入瓶中以供分析之用。

樣本水分的測定

將樣本稱取2—3克，放入已知重量的鋁盒內，稱重後再放入烘箱內約2小時（溫度150°C）後，加蓋放入干燥器內，冷卻稱重，再放入烘箱內烘1小時，冷卻稱重，兩次之差不大於3毫克即可。

$$\text{計算：水分}\% = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100$$

W_1 —烘前鋁盒及樣本重
 W_2 —烘後鋁盒及樣本重
 W = 樣本重

標準溶液的标定

化學分析中有重量分析、容量分析与比色分析，其中容量分析与比色分析均需用標準溶液，容量分析所用的標準溶液絕大部分需要标定，現在介紹幾種主要的常用的標準溶液的标定方法如下：

標準酸鹼溶液的标定（苯二甲酸氫鉀标定法）

要想标定酸液可先标定鹼溶液，然後再用已知濃度的鹼溶液去标定酸溶液。

1. 鹼溶液的标定：以 NaOH （氫氧化鈉）為例說明。

（1）存放時間較長的苯二甲酸氫鉀已吸收了不少水分，必須在使用前烘乾，即把少量的苯二甲酸氫鉀放於低型稱量瓶內，在烘箱里加熱，達105—110°C時保持1—2小時，待冷卻後移至干燥器中準備稱取。如果使用的苯二甲酸氫鉀是新購置的粉末

狀未吸水可不烘。

(2) 用¹/10000天平精確稱取0.5000克苯二甲酸氫鉀，小心倒入干淨的250—300毫升的三角瓶內(必須干淨，內無酸鹼)，加入去過二氧化碳的或新的蒸餾水25毫升使其溶解。

(3) 在三角瓶內加入酚酞三滴，然後用約0.1N NaOH (氫氧化鈉) 滴定至終點為止。假如用NaOH為19.70毫升。

(4) 計算：鹼溶液濃度N

$$= \frac{\text{苯二甲酸氫鉀用量}(0.5\text{克})}{\frac{\text{苯二甲酸氫鉀的分子量}(204,216)}{1000}} \times \frac{\text{鹼溶液}}{\text{滴定用量}}$$

$$\text{代入公式計算：NaOH } N = \frac{0.5}{\frac{204,216}{1000} \times 19.7}$$

$$= \frac{0.5 \times 1000}{204,216 \times 19.7} = 0.12447$$

標定重複結果間的錯差在 <0.0005 時，求其諸數的平均值作為正式標定結果，若諸結果不在允許誤差內須要重新標定。

2. 標準酸溶液的標定：

(1) 用滴定管精確(小數點後2位)取出25.00毫升酸溶液於250毫升三角瓶中加入酚酞三滴。

(2) 用已知濃度的鹼溶液0.12447N NaOH滴定至終點為止。記下用量，假如用量為20.83毫升。

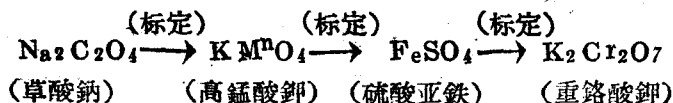
$$(3) \text{計算：酸溶液濃度 } N = \frac{\text{鹼溶液用量} \times \text{鹼溶液濃度}}{\text{所消耗的酸溶液用量}}$$

$$\text{代入公式：H}_2\text{SO}_4 \text{ } N = \frac{20.83 \times 0.12447}{25.01} = 0.103667$$

标定时諸重复結果間之差数 <0.0005 时可求其平均值作标定結果，若不在此允許誤差內，須重作。

重鉻酸鉀的标定

新的重鉻酸鉀配成溶液，可作为已知濃度的溶液，也可用作标定其他的还原剂如硫酸亞鐵(FeSO_4)。但若是以存放時間很重的重鉻酸鉀配成的溶液就須經過如下的标定：



1. KMnO_4 的标定：凡是很純的还原剂都可以标定它。根据經驗証明：以草酸鈉标定为最好。具体标定法如下：

(1) 取 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 少量于低型称量瓶中放入烘箱，当溫度达到 $105-110^\circ\text{C}$ 时保持2小时或当溫度升到 150°C 时切断电流，待其冷却后保存在干燥器內备用。

(2) 用万分之一天平精确称取0.2000克 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 放在300毫升的燒杯或三角瓶內，加水100毫升同6N H_2SO_4 (硫酸)30毫升以造成酸性条件。让 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 与 KMnO_4 起强烈的反应。

(3) 将三角瓶放置在电炉上加热到 90°C (在另一盛水的三角瓶內插上溫度計看溫度)，馬上用 KMnO_4 溶液滴定，开始快速滴定，近終点时緩慢进行，当紫紅色在15秒鐘內不消失时即到終点(三角瓶內的溫度必須在 75°C 以上时滴定結束。否則不成)。

$$(4) \text{計算：公式 } \text{KMnO}_4 \text{ N} = \frac{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \text{ 用量}}{\frac{0.0670}{U}}$$

0.0670—是草酸鈉的分子量被 2×1000 除的結果

U—滴定 KMnO_4 的用量。

例題：用 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0.5000克，消耗 KMnO_4 16毫升求 KMnO_4 濃度

$$\text{代入公式 } \text{KMnO}_4 \text{ N} = \frac{0.5}{\frac{0.0670}{16}} = 0.4664$$

几次重复結果相錯数在允許数內时求其平均数即可。

2. 标定 FeSO_4 ：

(1) 用滴定管取20毫升 FeSO_4 加入三角瓶內，加进6N H_2SO_4 30毫升和水50毫升。然后用已知濃度的(0.4664N) KMnO_4 滴定，当呈現的紫紅色在15秒鐘內不消失为好。

$$(2) \text{計算: } \text{FeSO}_4 \text{ N} = \frac{\text{KMnO}_4 \text{ 用量} \times \text{濃度}}{\text{FeSO}_4 \text{ 的用量}} \\ (\text{硫酸亞鐵})$$

例題：假如用4.2毫升 FeSO_4 滴成紅色求 FeSO_4 濃度

$$\text{代入公式 } \text{FeSO}_4 \text{ N} = \frac{4.2 \times 0.4664}{20} = 0.0900$$

3. 重鉻酸鉀的标定：

(1) 取蒸餾水50毫升于三角瓶內，再用吸管准确吸取重鉻酸鉀10毫升注入，然后稀釋到150毫升，随之加入濃磷酸2 毫升。

(2) 加入0.5%的二胺苯8—10 滴，用已知濃度的硫酸亞鐵(0.0900N的 FeSO_4) 滴定成鮮綠色，記下用量(假如用344.8毫升)

$$(3) \text{計算: } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ N} = \frac{\text{硫酸亞鐵的用量} \times \text{濃度}}{\text{重鉻酸鉀用量}}$$

例題：設用0.0900N FeSO_4 44.8毫升滴至終点求

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 濃度

$$\text{代入公式: } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ N} = \frac{44.8 \times 0.0900}{10} = 0.4032$$

重复結果間的差数在 <0.0005 时，將諸結果值平均起来作为 $K_2Cr_2O_7$ 的标定結果。

土壤有机質的測定

分析的意义

土壤有机質的定义，按分解程度可分为三类：一为分解极少具有显著的原形，二为正在分解的植株殘体以及土壤微生物生命活动的产物，三为腐解成为完全失去原形和原性的特殊有机物——土壤腐植質。我們所測定的土壤有机質，即土壤腐植質。土壤腐植質是农作物和土壤微生物营养料的来源之一，它能改变土壤的物理性与化学性。如土壤的腐植質含量多，則土壤的持水量高、土溫高而变差小。砂土或粘土中增加了有机質后土壤持水性和宜耕性加强。因此，土壤有机質总量（即腐植質）多少在一定限度內可以表明土壤的肥沃程度。有人認為土壤有机質含量大于2%时土壤就肥沃，若为1%左右土壤肥力就差，但是，这毕竟是一种土壤的性状，因此，不很全面。

分析原理

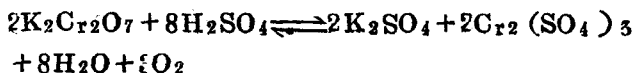
土壤有机質測定法：按其氧化的特点，可分为干燒法和湿燒法，按其氧化剂种类可分为鉻酸法、重鉻酸鉀法和双氧水法，按其使用仪器，可分为重量法、容量法。而我們所用的方法是重鉻酸鉀容量法（也叫丘林速測法）。因为这个方法操作简单、容易掌握、能迅速得出結果，并且相当准确，很适用于石灰性土壤，也适用于非沼泽化土。据我們所測結果，在含亚鉄量很多的土壤或含氯化物很多的盐土所得結果較高。

关于具体分析原理如下：

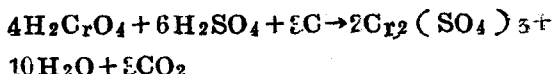
1. 用重鉻酸鉀与硫酸作用生成鉻酸。



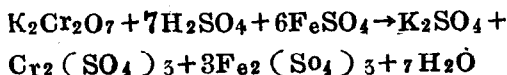
同时，它們两者也能产生氧：



鉻酸与氧就氧化土壤內的有机物中的碳。



2. 氧化以后多余的重鉻酸鉀用硫酸亚鉄滴定。



从而根据重鉻酸鉀的实际用量可以求出土壤中有機質含量。

藥品的配制

1. 二苯胺指示剂：称0.5克二苯胺放入燒杯中加入蒸餾水20ml，然后緩緩加入濃硫酸100ml，等完全溶解后倒入棕色瓶中。

2. 0.1N FeSO_4 (0.1当量濃度硫酸亚鉄) 溶液，万分之一天平称A·R (分析純) 的硫酸亚鉄 ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 28克，放入燒杯中，加水400ml溶解，并加入6N H_2SO_4 溶液30ml，等其完全溶解后，倒入1,000ml容量瓶中，加入稀釋到刻度 (加硫酸的目的是防止 FeSO_4 的氧化)，此溶液用标准的 KMnO_4 (高錳酸鉀) 溶液标定。

3. 0.2—0.4 N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液，如配0.4N (0.4当量濃度) 的溶液，称取20克A·R· $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 放入燒杯中加入500ml蒸餾水，等 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 完全溶解 (也可不必)，然后加濃硫酸 (H_2SO_4 比重1.84) 500ml，等冷却后，倒入1,000ml

容量瓶中，稀釋到1,000ml，傾入棕色瓶中，用標準 FeSO_4 溶液标定其濃度。

4. Ag_2SO_4 (硫酸銀) 接觸劑。

5. 85% H_3PO_4 (磷酸)。

儀 器

天平: 1/10、1/10000天平各1架	電 爐: 1 个
三角燒瓶: 300—500ml 30个	油浴: 1 个
試管: 18×120ml 30—40支	棕色滴管: 1 支
溫度計: 200°—250°C 1支	棕色試劑瓶: 2—3个
小漏斗: 8—15个	容量瓶1000—2000ml 1 个
燒 杯: 500—800ml 5个	食油: 2—3斤

方 法 步 驟

1. 称待测标本土0.5克(用1/千分或1/万分天平)，用光滑的硬紙小心的放入事先洗淨并放干了的試管内，在試管上編上號碼，且用干淨的白紙將試管口蓋严。

2. 用1/10天平称取0.1克 Ag_2SO_4 倒入試管中作接觸劑，并可作为去氯劑。

3. 用10ml的吸管准确的吸取 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准液10ml，傾入試管中稍加搖动，使其与土壤混合均匀，并在管口上蓋上小漏斗，以作冷凝蒸汽之用。

4. 將試管放入油浴中(油面要淹住試管中的液面，一次熱浴8—20个)，放好以后开始加热，当試管中溶液开始沸騰时，計算時間，油浴溫度保持在170—180°C，当油浴溫度达到此限度拔掉電插銷。試管溶液沸騰5分鐘后，按先后順序取出試管，放入試管架上冷却。