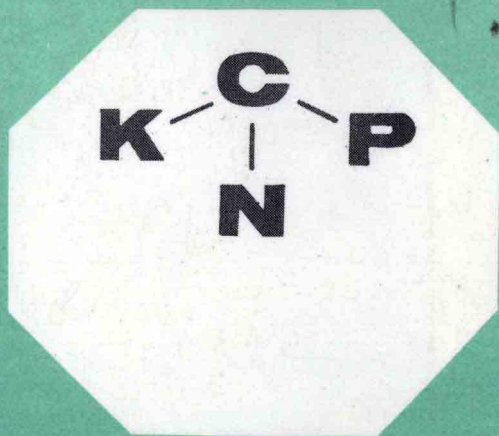


土壤肥料分析方法

TURANGFEILIAOFENXIFANGFA

王虹 编著

N 317



辽宁大学出版社

土壤肥料分析方法

王 虹 编著

辽宁大学出版社

1991 年

责任编辑 徐速 张律和
封面设计 孙东权
责任校对 张律和

土壤肥料分析方法

王 虹 编著

*

辽宁大学出版社出版 (沈阳市崇山中路 66 号)
辽宁省新华书店发行 中科院沈阳分院印刷厂印刷

*

开本: 787×1092 1/32 印张: 7.5 字数: 160 千

1991 年 3 月第 1 版 1991 年 3 月第 1 次印刷

印数: 1-1000

*

ISBN7-5610-1093-1

S · 001 定价: 3.50 元

内 容 简 介

全书共分五个部分，约 16 万字。主要侧重土壤常量和微量养分、交换性能、可溶性盐、植物养分和肥料成分等的测定。其中多数项目分别介绍了几个方法，以便在实验设备不同的条件下，能够适当选择。书末附录了实验室须知、分析误差检验和原子量表，以便于查考。

本书适用于县以上土壤农化分析室在测土配方施肥和鉴定土壤、植物养分状况中使用，也可供土壤农化工作者、有关科研、环保、农林院校师生参考。

音 编

1990 年 12 月 15 日

前 言

土壤是万物之源，是植物与其氮、灰分、养分及水之间的媒介。它不只对绿色植物生产有决定性作用，对人们的经济生活也有着重要的影响。采用何种方法了解土壤养分状况，满足绿色植物生长发育的需求，保障高产、稳产，一直为广大农村干部及有关科技工作者所关注。本书正是由此出发，笔者在多年从事土壤分析工作的基础上，总结了前人的经验编写而成。编写力求简明实用，以便农、林、土、肥专业一般科技工作者依据本书便可进行实际操作和应用。

本书内容除编入作者本人在工作中使用的方法外，还收选了作者及广大土壤农化科技工作者新近改进的一些方法。收选原则是：方法原理和分析技术比较成熟，结果的准确度和精密度较好，操作简单，快速。对每一测定提供了几个方法，以便在实验室设备不同的条件下，能够适当选择。在每个方法中，分别叙述了分析意义、方法原理、分析步骤、结果计算及试剂配制。书中使用的单位均采用国家标准局规定的单位。

本书承蒙土壤农化专家严昶升、邱凤琼、邹帮基、李彤等先生审阅，在此表示感谢。由于笔者水平有限，书中疏漏错误之处在所难免，敬请读者及同行们提出宝贵意见。

编 者

1990年12月于中国科学院沈阳应用生态研究所

目 录

前言	(2)
1、土壤分析	(1)
1.1 土壤样品的采集和制备	(1)
1.1.1 土壤样品的采集	(1)
1.1.2 土壤样品的制备与保管	(3)
1.1.3 土壤水分的测定	(4)
1.2 土壤有机质的测定	(5)
1.2.1 重铬酸钾—硫酸氧化法	(6)
1.2.2 水合热法(改进的 Walkely-Black 法)	(9)
1.2.3 有机碳的简易湿烧法测定(Amato 法)	(11)
1.2.4 土壤有机质的流动注射法	(13)
1.2.5 土壤腐殖质组分的测定(丘林法)	(17)
1.3 土壤氮素的测定	(21)
1.3.1 土壤全氮的测定	(21)
1.3.1.1 凯氏蒸馏法	(21)
1.3.1.2 流动注射气体扩散法	(25)
1.3.1.3 比色法测定土壤消煮液中 NH_4^+-N	(28)
1.3.2 土壤有效氮的测定	(37)
1.3.2.1 碱解扩散法	(37)
1.3.2.2 流酸浸提法(丘林法)	(39)
1.3.2.3 土壤铵态氮与硝态氮总量的测定	(41)
1.3.2.4 土壤铵态氮、硝态氮的测定	(42)
1.4 土壤磷素的测定	(44)

1.4.1	土壤全磷的测定	(44)
1.4.1.1	高氯酸溶—钼锑抗比色法	(45)
1.4.1.2	硫酸酸溶—钼锑抗比色法	(48)
1.4.1.3	流动注射分光光度法	(49)
1.4.2	土壤有效磷的测定	(54)
1.4.2.1	碳酸氢钠浸提法	(54)
1.4.2.2	盐酸氟化铵法	(57)
1.4.3	土壤无机磷分组的测定	(58)
1.4.4	石灰性土壤无机磷分组的测定	(63)
1.5	土壤钾素的分析	(68)
1.5.1	土壤全钾的测定	(68)
1.5.1.1	氢氧化钠碱熔—火焰光度法	(68)
1.5.1.2	HClO_4 —HF 消化—火焰光度法	(71)
1.5.1.3	四苯硼钠比浊法(试用法)	(73)
1.5.2	土壤速效钾的测定	(76)
1.5.2.1	NH_4OAc 浸提—火焰光度法	(76)
1.5.2.2	四苯硼钠比浊法	(79)
1.6	土壤交换性能分析	(81)
1.6.1	土壤阳离子交换量的测定	(81)
1.6.1.1	氯化钡缓冲液法	(82)
1.6.1.2	EDTA—铵盐快速法	(84)
1.6.1.3	$\text{Ca}(\text{OAc})_2$ — CaCl_2 法	(87)
1.6.1.4	1 mol/L NH_4Cl —乙醇交换法	(91)
1.6.1.5	氨气敏电极法	(93)
1.6.1.6	阳离子交换量总和法	(94)
1.6.2	土壤交换性盐基组成的分析	(94)
1.6.2.1	K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+}	(94)

12.9	NH ₄ OAC 交换法	(94)
(84)	1.6.2.2 K ⁺ 、Na ⁺ 、Ca ²⁺ 、Mg ²⁺	
(52)	NH ₄ Cl—乙醇法测定	(97)
(52)	1.7 土壤中碳酸钙的测定(中和法)	(100)
(62)	1.8 土壤全量硅、铁、铝联合快速比色测定法 ...	(103)
(62)	1.8.1 土壤中 SiO ₂ 的测定	(103)
(62)	1.8.2 土壤中 F ₂ O ₃ 的测定	(106)
(62)	1.8.3 土壤中 Al ₂ O ₃ 的测定	(107)
(62)	1.8.4 土壤中活性 SiO ₂ 的测定	(109)
(62)	1.8.5 土壤中活性 Al ₂ O ₃ 的测定	(111)
(62)	1.9 土壤中可溶性盐的分析	(113)
(62)	1.9.1 土壤中水溶性盐的提取	(114)
(62)	1.9.2 蒸发残渣与灼烧残渣量的测定	(114)
(62)	1.9.3 Ca ⁺⁺ 、Mg ⁺⁺ 的测定(EDTA 容量法) ...	(115)
(62)	1.9.4 K ⁺ 、Na ⁺ 的测定(火焰光度法)	(118)
(62)	1.9.5 CO ₃ ⁻ 、HCO ₃ ⁻ 的测定	(120)
(62)	1.9.6 Cl ⁻ 的测定	(122)
(62)	1.9.7 SO ₄ ⁻ 的测定(EDTA 滴定法)	(124)
2.3	土壤微量元素分析	(130)
(62)	2.1 土壤有效硼的测定	(130)
(62)	2.1.1 姜黄素—硫酸测定法	(130)
(62)	2.1.2 甲亚胺—H 测定法	(133)
(62)	2.1.3 甲亚胺—H 流动注射分光光度法	(136)
(62)	2.2 土壤有效钼的测定	(140)
(62)	2.3 土壤中有效态铜、锌、铁、锰的测定	(143)
(62)	2.3.1 DTPA 提取—原子吸收测定	(143)
(62)	2.3.2 EDTA 提取法—原子吸收测定	(146)

2.4 大量和微量元素全量测定(C、N、S、P、Si 除外)一酸溶法	(148)
3、主要肥料成分分析	(152)
3.1 肥料的采集与样品的制备	(152)
3.2 氮素化肥的分析	(153)
3.2.1 总氮量的测定	(153)
3.2.2 尿素中氮的测定	(155)
3.2.3 化肥中铵态氮的测定	(155)
3.2.4 化肥中硝态氮的测定	(156)
3.2.5 石灰氮(氰氨基化钙)中氮的测定	(157)
3.2.5.1 蒸馏法	(157)
3.2.5.2 硝酸银容量法	(158)
3.3 磷素化肥分析	(160)
3.3.1 无机肥料中全磷的测定	(160)
3.3.2 过磷酸钙中游离酸的测定	(164)
3.3.3 过磷酸钙中有效磷的测定	(165)
3.3.4 过磷酸钙中水溶性磷的测定	(167)
3.4 肥料中钾素的测定	(168)
3.4.1 总钾量的测定	(168)
3.4.2 速效钾的测定	(170)
4、腐殖酸类肥料分析	(173)
4.1 煤中腐殖酸的测定	(173)
4.2 游离腐殖酸的测定	(176)
4.3 速效氮的测定	(179)
4.3.1 蒸馏法	(179)
4.3.2 硫酸浸提法	(180)
4.4 硝基氮的测定	(181)

4.5	腐植酸铵含量的测定	(182)
5.	植物分析	(184)
5.1	植株的采集与样品的制备	(184)
5.2	植物水分的测定	(185)
5.3	植株中氮、磷、钾联合测定	(186)
5.3.1	全氮的测定	(188)
5.3.2	全磷的测定	(189)
5.3.3	全钾的测定	(190)
5.4	植株中粗蛋白的测定	(191)
5.5	植物钙、镁的测定	(192)
5.5.1	EDTA 直接滴定法	(193)
5.5.2	EDTA 返滴定法	(195)
5.6	植物中微量元素分析	(197)
5.6.1	植物中全硼的测定(姜黄素比色法)	(197)
5.6.2	植物中全钼的测定	(199)
5.6.3	植物中铜、锌、铁、锰原子 吸收分光光度法	(200)
6.	附录	(203)
6.1	实验室须知	(203)
6.2	化学试剂的规格与分类	(206)
6.3	溶液浓度及配制方法	(207)
6.4	土壤农化分析的误差和数据处理	(210)
6.5	分析结果允许误差表	(216)
6.6	原子量表	(219)
6.7	指示剂的变色范围及配制方法	(221)
6.8	结果换算表	(224)

1、土壤分析

1.1 土壤样品的采集和制备

1.1.1 土壤样品的采集

土壤样品的采集是决定土壤分析结果是否正确的重要一环。不按规则采集样品即使分析得很正确，由于样品本身不能正确代表田间土壤情况，这个结果也就没有意义。如果用这种不正确的分析结果来说明问题或指导生产，就可能导致错误和损失。因此在采样时必须谨慎从事，按规则进行。

(1) 主要工具

深层取土钻，铁锤与取土钻联用；铁锹，挖土坑和取土用；布袋或塑料袋。装土样用(1-2)公斤，皮尺(钢卷尺)；剖面刀；手罗盘；野外记录本等。

(2) 土壤剖面取样法

一般根据分析的要求来确定土壤样品的采集方法。如果是分析土壤的理化性质，那么按土壤发生层次采样。采样方法首先挖一个 1×2 米的长方形的土坑，土坑的深度一般要求达到母质和地下水即可，大多在1-2米之间，然后根据土壤颜色、结构、质地、温度、松紧度、植物根系分布等，划分土层、仔细观察，描述记载，将剖面形态、特征逐一记录下来。然后在各层中部位置采集土壤，将所采集的样品装入布袋或塑料袋中。一般采样为1公斤左右。土袋内外应附上标签，写明采样地点、剖面号、土层深度、采样日期，采样人等。

(3) 土壤混合取样法

土壤混合取样法就是土壤样本由几个或数个土壤单样均匀混合而成。此种采样一般不需挖坑，只需采耕层土壤 20 厘米左右；最多采到犁底层的土壤。为了正确反映土壤养分动态和植物长势之间的关系，可根据试验区的面积确定采样品的多少，一般为 10—20 个点。取样的方法有三种：蛇形取样法、对角线取样法、棋盘取样法。选哪种取样方法较好，要看试验地的具体情况而定。如果面积较大，地势不平坦，肥力又不均匀的地块，选用蛇形法取样为宜，见图 1-1a)。

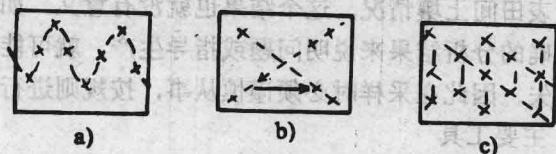


图 1-1 土壤采样点的方式

在确定的采样点上，用小土铲斜向向下切取一片片土壤样品，然后将样品集中起来混匀。一般取点 15—30 个。相反，面积较小，地势平坦，肥力均匀的地块，选用十字取样法比较合适，见图 1-1b)，取点 10 个。棋盘式取样法见图 1-1c)，适宜面积中等，地势平坦，肥力较均匀的地块取点 15 个以上，混合而成。

(4) 样品的混合方法

将采集的单样土壤取出，放在大的塑料布或纸上混合均匀，并挑出秸秆和石块，平铺成方形划两条对角线，取对面两块，其余弃之，以上操作反复进行，一直到所需用量为止。然后装入布袋，口袋内外应附上标签，并写明采样时间、地点、土层深度和采样人。



图 1-2 土壤采样图



图 1-3 四分法取样步骤图

1.1.2 土壤样品的制备与保管

(1) 从野外采回来的土壤，如果要测定水份，硝态氮和铵态氮时，需用新鲜土，样品要及时处理进行测定，不得耽误，最好将样品放在低温处冷藏以免水分蒸发。样品保存时间最多不超过三天。其余应及时进行风干处理，以免发霉。其方法将土壤样品弄成碎块，平铺在纸上，放于室内阴凉、通风、避光处风干。风干后的样品再进行磨细处理。

(2) 进行化学分析时，取风干土样一份，仔细挑去石块、草根等，用研钵磨细通过 1 毫米筛孔。贮存于袋中，备

测速效养分等。如测定全量养分时，取 1 毫米土样，平铺成很薄的一层划成小方格，然后在每个小方格上取样，混合在一起用玛瑙研钵磨细全部通过 0.25 毫米筛孔。如测定钾、钠时，用 0.25 毫米土样继续研细，并全部通过 100 号筛孔 (0.149 毫米) 为止。研磨后将样品混匀，贮于袋或瓶中，贴上标签，编上号码，样品保存应尽量避免光照高温、潮湿等影响，否则将影响分析结果的准确性。

1.1.3 土壤水分的测定

测定土壤水分含量有两种用途，一、为了解田间土壤实际含水量，以便及时进行灌溉，保墒或排水措施，以保证作物的正常生长。

二、风干土中水分含量受大气相对湿度的影响，不是土壤的一种固定成份，在计算土壤各种成分时不包括水分，因此一般不用风干土为计算的基础，而用烘干土作为计算的基础。分析时一般都用风干土，计算时就必须根据水分含量换算成烘干土。

方法原理

把土样放在 $105-110^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘至恒重。则失去的重量为水分重量，即可计算土壤水分百分含量。

操作步骤

取风干土样 5 克左右，放在已知重量的铝盒(W)中，在分析天平上称重(W_1)，去盖放在烘箱中 $105-110^{\circ}\text{C}$ 烘 6 小时，加盖后取出放入干燥器中，冷却至室温(约 30 分钟)立即称重(W_2)，如此再进行烘干 2 小时，冷却、称重，直到两次称重绝对误差，小于 3 毫克时为止。

结果计算

$$\text{土壤含水量\%} = \frac{W_1 - W_2}{W_2 - W} \times 100\%$$

W: 铝盒重

W_1 : 铝盒加风干土重

W_2 : 铝盒重加烘至恒重的土样重

$$\text{水分系数} = \frac{100}{100 - \text{水分的百分含量}}$$

注释

(1) 烘箱温度不宜超过 110℃，如温度过高，有机质易碳化散逸。

(2) 干燥器内的干燥剂要经常更换和处理。

1.2 土壤有机质的测定

概述

土壤有机质是土壤中各种营养元素特别是氮元素和磷元素的重要来源。它还含有刺激植物生长的胡敏酸类物质。由于它具有胶体特性，能吸附较多的阳离子，因而使土壤具有保肥及持续供肥的性能，它还能与土壤粘土矿物复合形成团粒结构，从而改善土壤的物理特性。它也是土壤微生物必不可少的碳源和能源。因此，除低洼地土壤外，一般来说，土壤有机质的含量多少，是土壤肥力高低的一个重要标志。

土壤有机质按其分解程度不同可分为三类：1) 难分解，仍保持原来形态的动植物残体。2) 动植物残体的半分解产物及微生物代谢的产物。3) 较稳定的有机质—腐殖质。在一般情况下若只要了解土壤肥力状况，可不必测定腐

殖质而只需测定有机质总量，计算碳氮比值即可。土壤的碳氮比值(C/N)变化很大，我国耕种土壤的碳氮比一般在9-13之间，其比值的高低，反映有机质在矿化过程中所释放出有效氮量的多少，C/N比值越小，释放出的有效氮量越多。

1.2.1 重铬酸钾—硫酸氧化法

方法选择依据

测定土壤有机质的方法很多，最早用的是干烧法。此法需要特殊设备，操作技术比较严格又费时间，再现性差，因此一般不作例行分析用。重铬酸钾—硫酸氧化法一直被认为是经典的方法，并被广泛采用^[1,2]。这个方法的优点不仅操作简便，而且不受碳酸盐类存在的影响，可得到精确的结果。其缺点是，当还原物质存在时如亚铁离子倘不注意，将使测定结果偏高。弥补缺点的办法是在测定前将土壤研细，使亚铁化合物在空气中氧化成高铁化合物后再称样进行分析。

方法原理

在加热条件下，用一定量的标准重铬酸钾—硫酸溶液氧化土壤有机碳，多余的重铬酸钾则用标准硫酸亚铁溶液滴定，从所消耗的重铬酸钾量计算出有机碳量，再乘以常数1.724，即为土壤有机质含量。

仪器与试剂

(仪器)

- (1) 油浴锅(可用铝锅代替)
- (2) 铁丝笼(消煮时插试管用)
- (3) 温度计(0-200℃)

- (4) 硬质玻璃管(18×16毫米)
- (5) 滴定管、三角瓶、小漏斗(直径2-3cm)
- 〔试剂〕

(1) 消煮加热用油, 植物油4-5斤

(2) 0.136mol/L $K_2Cr_2O_7$ 的硫酸溶液, 称取研细的分析纯 $K_2Cr_2O_7$ 40克, 溶于500毫升水中, 必要时可加热, 冷却后, 稀释至1升。而后缓缓的加入比重1.84的化学纯硫酸1升, 并不断搅拌冷却后加水稀释至2升, 摇匀后, 注入试剂瓶中(此溶液的标准浓度以标准0.2mol/L $FeSO_4$ 溶液标定。

(3) 0.2mol/L $FeSO_4$ 标准溶液

称取 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 56克〔或 $(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O$ 80克〕溶于水中, 加3mol/L H_2SO_4 30毫升, 然后稀释至1升。此溶液的准确浓度以标准0.0167mol/L 重铬酸钾溶液标定。

(4) 0.0167mol/L 重铬酸钾的标准溶液 准确称取经130℃烘3小时的分析纯 $K_2Cr_2O_7$ 4.9033克于250毫升烧杯中, 以少量水溶解, 将溶液洗入1000毫升容量瓶中, 而后慢慢加入浓 H_2SO_4 约70毫升冷却后用蒸馏水稀释至刻度充分摇匀备用(其中含 H_2SO_4 的浓度约为1.25mol/L)。

(5) 邻啡罗啉指示剂 称取分析纯邻啡罗啉1.485克, 硫酸亚铁〔 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ 〕0.695克溶于100毫升蒸馏水中, 此时试剂与 $FeSO_4$ 形成棕色络合物即 $(FeC_{12}H_8N_2)_3^{2+}$ 。贮于棕色瓶中。

操作步骤

(1) 准确称取通过0.25毫米筛孔的风干土样0.1-0.5000克(用量视各种土类及采土深度而定)。放入干燥的玻璃管