

苏联科学院土壤研究所編輯

土壤的农业化学研究法

A. B. 索科洛夫等主編

科学出版社

苏联科学院土壤研究所編輯

土壤的农业化学研究法

(田間及實驗室研究指南)

A. B. 索科洛夫 Д. Л. 阿斯基納濟^{主編}
И. П. 謝 尔 多 波 里 斯 基

謝建昌 袁可能 高拯民 等譯

朱祖祥 李庆逵 等校

科 学 出 版 社

1957年12月

土壤的农业化学研究法

原著者 [苏] A. B. 索科洛夫等
編輯者 苏联科学院土壤研究所
翻譯者 謝建昌、朱祖祥、李庆遠等
出版者 科学出版社

北京朝阳門大街117号

北京市书刊出版业营业許可証出字第061号

原文出版者 苏联科学院出版社
印刷者 中国科学院印刷厂
总經售 新华书店

1957年12月第一版

书号: 0960 字数: 574,000

1959年10月第三次印刷

开本: 787×1092 1/18

(京) 3,486—4,985

印张: 30 6/9 插頁: 15

定价: (10) 6.40元

АГРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЧВ

А. В. Соколов Изд. АН СССР, 1954

內 容 提 要

本書系苏联科学院土壤研究所編輯的,执笔者都是苏联在各該方面的知名学者。內容除以較大的篇幅敘述土壤的氮、磷、鉀、酸度、代換性鹽基及微量元素等的分析方法以外,还包括了用微生物、盆栽試驗和田間試驗等測定土壤肥力的方法。对于每一种測定都敘述了方法原理、分析步驟和实际应用,并且尽可能地介紹几种較成熟的測定方法并指出其适用条件,以便讀者根据不同的土壤和设备条件,选择应用。

本書是目前世界上較完善的一本关于研究土壤的农业化学方法的参考書。

本書可作为研究机关、高等学校和农业技术部門在研究土壤的农业化学性质时的重要参考書,也可作为高等学校土壤农化系的教本。

(参加本書翻譯和校对工作的是浙江农学院朱祖祥、袁可能、周鳴鏞、何增權、叶兆杰、章子敏、黄桂香、陈子元、戚澄九、郑棣英、刘懋濤,中国科学院土壤研究所謝建昌、于天仁、李庆遠、郝文英、曹正邦,中国科学院林业土壤研究所高拯民、郑鴻元、乔樵、謝萍若、高殿岐等。)

序 言

施肥是增加农作物收获量的极重要方法。不考虑到土壤中能为植物利用的营养物质的贮存情况,就不可能做到合理施肥。肥料应该施在那些有真正实际需要的地点。

农业的实践早就已经证明:如果我们利用农业化学方法来研究土壤,我们就能够更经济和更有效地施用肥料。为了测定植物对肥料的反应,现在已提出了许多不同的方法,而且它们的数量还在迅速地增加着。从那些所建议方法的巨大数目中,本指导书中采纳了:第一,在为实际农业服务的农业化学工作中所已采用的方法;第二,在解决某些特定问题上所用的属于独到途径的方法,虽然这些方法在农业化学实验室中还没有得到广泛的应用。至于对其他的研究土壤农业化学性质的各种方法,则只限于说明农业化学家实际工作上所必需的那些。

对于方法的检验工作以及它们在不同土区的应用的区域化工作,还只处在开始的阶段。因此在很多情形下,还不可能对各种不同方法进行充分的评价。这种评价工作,只有依靠研究所、试验站及农业机器站农业化学实验室的共同工作才可能完成。

本书也介绍了进行土壤农业化学研究的生物学方法,即用生物体——植物及微生物来指示土壤肥力情况。

田间试验及盆栽试验的现代方法的拟订,在很大程度上是由俄罗斯研究者所进行的。

本书对于田间试验方法也作了简短的叙述,这是因为广大的农业化学家、土壤学家及农学家有此需要。

在本书初版的编辑工作中,Д. Н. 普良尼施尼可夫(Прянишников)院士参与了工作,他所作的关于本书的内容及其任务的指示,以及对农业化学研究方法的要求的指示,也都在本版内作了考虑。

目 录

序言	(i)
供农业化学研究的土壤采样方法	M. Г. 西壤金娜 (1)
土壤中吸收性鹽基、石膏、碳酸鹽和水溶性物質的測定	
定	З. Г. 依里科夫斯卡婭 (6)
依照邱林法測定土壤腐植質	H. П. 別列契科娃 (31)
測定游离的以及和活性三价元素氧化物相結合的胡敏酸	
酸类	H. A. 潘科娃 (39)
植物的地上群体及其根的計算	H. A. 潘科娃 (41)
土壤中氮的化合物的測定	Ф. В. 杜尔金 (43)
土壤中磷的測定法	Д. М. 赫伊費茲 (59)
土壤中活性鉀化合物的測定方法	Ф. В. 杜尔金 (95)
为了施用石灰, 对灰化土及生草灰化土所进行的酸度測定	
定	Д. Л. 阿斯基納济、С. С. 亞魯索夫 (117)
农业化学研究中 pH 及氧化还原电位的測定法	И. П. 謝尔多波里斯基 (152)
在田間和盆栽試驗中应用的若干土壤物理特性和水分特性的測定法	
法	Д. В. 費多罗夫斯基 (208)
光譜分析法	Д. Н. 伊万諾夫 (228)
重要微量元素の測定法	Е. В. 波勃科 (251)
化学光度分析法	Б. В. 米哈里丘克 (307)
在农业化学研究中应用示踪原子的方法	
法	А. В. 索科洛夫、И. П. 謝尔多波里斯基 (332)
以植物汁液的化学分析測定植物对肥料需要的簡化的田間方法	
法	К. П. 馬格尼茨基 (356)
根据外部形态的植物营养診斷	К. П. 馬格尼茨基 (371)
測定土壤中可利用态营养物質的微生物学方法	А. П. 克留奇科娃 (393)
田間肥料試驗方法	С. В. 舍尔巴 (407)

盆栽法.....	A. B. 索科洛夫 (465)
肥料試驗的設計.....	A. B. 索科洛夫 (486)
試驗精確度的确定.....	A. B. 索科洛夫 (496)
机器拖拉机站的生产的农业化学實驗室.....	H. Д. 斯米尔諾夫 (517)
农业化学實驗室的设备.....	B. H. 潘菲洛夫 (531)
附录.....	(543)

供农业化学研究的土壤采样方法

M. Г. 西壤金娜

在土壤的农业化学研究中由田间采取土样是一个极重要的环节。土样应该能表示出为研究者所注意的该地区土壤差异的特征。用不正确方法所采得的样品是没有代表性的,以致在鑑定土壤特征时会导致错误的结论。因此,必须在充分考虑调查地区土壤变异分布的规律性的基础上,来首先正确地选择采样地点。

采样地点的选择 采样前,先进行田间观察,在图纸上划出在这一田块范围内的不同田区,使它们和其余的面积很易分开。首先要注意的是以下田区:

- (1) 生荒地及重新开垦的地(最近五年之内)。
- (2) 在经济历史上很易于区别开的田区,例如弱度熟化的或者相反是经营良好的——多上肥料的田区;特别地应当将施过石灰的田区划出。
- (3) 和同地的其他面积比较起来,其土壤水分过多的田区。
- (4) 暗(黑)色土田区。

如果这些田区的面积相当大,则可以在图上把它们划分开来。

根据图纸及现场观察,即可在田间把采样点作出记号,每一个土样,无论在土壤被复上以及在土壤所实施着的经济活动上都应该代表这一区的特征。

取样方法 农业化学研究用的土样,可各别采样或者混合采样。在未开垦过的生荒地,用各别采样法。在久耕的熟地,通常在调查地区的不同地点采4—8个各别土样,然后取其混合后的样品。

在生荒地,各别土样是从深度为1.5米的土坑(剖面)中,依土壤的发生学层次取得。依照 И. Ф. 薩多符尼科夫(Садовников, 1953),采样的技术如下:

首先,从土坑的底部和剖面最下部开始采样,然后,将被描写记载过的剖面用刮子整平,把粘附在剖面上的表土或底土的土粒或尘埃弄干净,接着测定鹽酸泡沫反应的特征和深度。在地下水临近地表的地区,需测定其地下水出现的深度,并确定其地下水位。

以后,把土壤剖面受光最强的一壁,用剗子或刀子从上层开始向下修整,使所有的土壤結構体都呈自然的碎块。在修整过的壁面上,把土壤剖面划分成层次,并詳細地記載每一个层次。

采样的部位并不是依照預先安排好的間距机械地加以規定,而是根据对整个土壤剖面以及每一个土层的特性的考虑来确定的。从剖面的上层中必須先取出表层土样,其厚度为5厘米。然后,再在A层中部或下部采样;从剖面下层中取样时,应根据土壤的形态特征及植物根系的分布状况来决定。通常所采的土样,应当保証进一步在实驗室工作中,能精确地确定最主要的土壤組成部分的所在深度,其中包括:腐植質、吸收性鹽基、 CO_2 及可溶性鹽类等。

在上下两土层的交界綫部位采样(即同时自上层的下部及下层的上部采样),是不許可的。土壤样品的垂直厚度不应大于5厘米。从土壤表面到剖面底部引两条互相平行的垂直綫,即在两綫之間,一个挨一个地,做出采样部位的記号。

根据1951年全苏肥料、农业技术及农业土壤研究所(ВИУАА)的指导書,采取混合样品的技术,包括以下几方面:

用剗子做成30—40厘米深的对照剖面,加以記載,然后在其壁上,采耕作层全深的土样1—2公斤,混合后,取其一定容积的平均試样(200立方厘米左右),装入一定容积的洋鉄罐中运走。

沿着二条相交的垂直綫,距离原对照剖面各約5—10米的地方,做成四个深达耕作层的补充对照剖面,并且自每一个中用同一方法采約200立方厘米的土样;將取得的五个土样收集在一起,小心地加以混和,再从所得的混和試样中,取出和以前同量的平均試样。組成混合試样的土样,其顏色和机械組成必須是相近的,采样时应注意其草类植物发育的情况,避免在植株生長发育較一般特出的地方采样。

在犁底层采样可个别进行,为此必須翻起耕作层,使露出犁底层的表面,用剗子下切至5—8厘米深处,采土样一公斤。弄碎土样,小心混合后,从中取出200—250克样品。

在某一地区,采样的数量可視研究的目的而有不同。例如为了确定石灰需用率及加深耕作层等的土壤农业化学研究,全苏肥料、农业技术及农业土壤研究所(ВИУАА)在1947年提出下列采样要求:每一土样所代表的范围,旧耕地不得超过十公頃;生荒地和重新开垦地,不得超过5—7公頃。在土壤更不均一的地区,应增加采

样数目至每 1—2 公顷一个样品。

在人工灌溉的田间, 土样的采取 (СоюзНИИХИ, 1952) 在灌溉农业条件下, 土壤采样方法如下: 横越壟行和壟間, 挖掘一条宽度为 10 厘米的狭长小漕溝, 深达耕作层, 通常达 25—27 厘米 (图 1)。

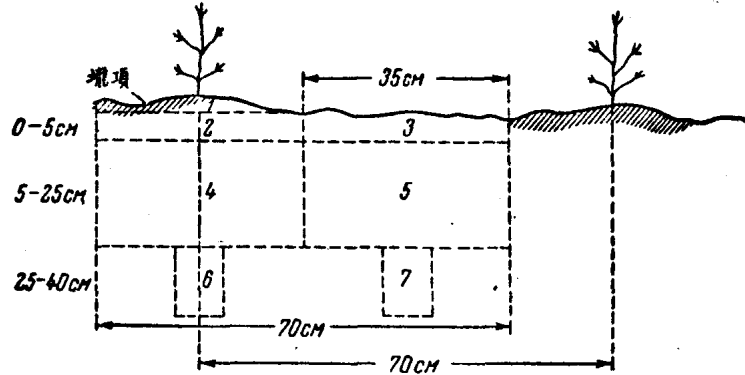


图 1 灌溉地区为采集土样而设置的漕溝图

1, 2, 3……代表土样号码

小漕溝长度应为壟距的一半。从漕溝中取出达指定深度的全部土壤。采集土样时要在壟台 (图 1 中的 1、2 和 4) 和壟溝 (图 1 中的 3 和 5) 分别进行, 因为壟頂及壟溝的土壤, 它們和肥料混合的比例有显著的差别, 在播种前施肥时期, 則不用照上述那样划分。犁底层 (图 1 中的 6 和 7) 用土鑽采样。为了更方便的把分析結果換算为每公顷公斤数, 在采样时, 橫跨壟頂及壟溝的小漕溝的长度, 必須保持一定, 但此长度可随着壟距寬度和播种特点 (是否有壟頂及其高度如何) 而有所改变。

当壟距寬度为 70 厘米时, 壟台及壟溝的小漕溝长度可采用各 35 厘米 (图 1)。

在面积为 200—300 平方米的分區, 选择 3—5 点采样。假使分區面积远远超过此范围时, 則可在其典型的地点, 挑选出一个面积約相当于 200—300 平方米的較小分區。采样点可按照对角綫布置, 如果有三个点, 則可按照一个对角綫采样。在各个分區內, 相同层次的土样混合一起。田间試驗时, 試驗地的土壤如果其性質相同, 則采一次重复就够了。

在研究土壤因長期受輪作, 施肥制度土壤改良措施以及其他的影响而改变其基本理化性質的狀況时, 采取土样, 不論其为耕作层或底土层, 都可不必划分壟頂及壟台 (图 2), 在該种狀況下, 必須有三、五次重复。对深层土壤, 可用土鑽深入至欲研究

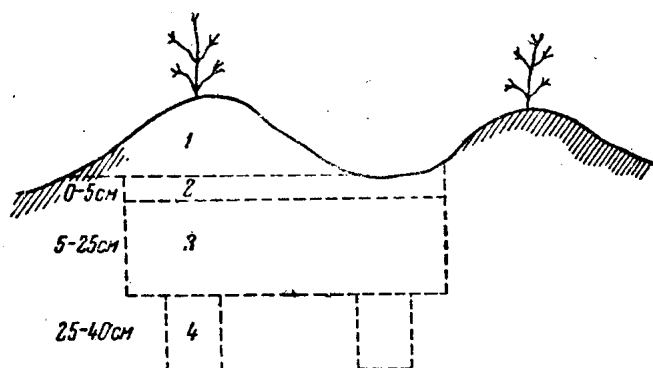


图 2 在灌溉地区为采集长期田间试验地的土样而设置的清沟图

輪作的外觀)、以及采样深度、采样人姓名等等。同时,把上列各項內容,写在标籤上,把它投入小袋或紙盒中。样品的編号应依其采取的次序进行。在同一采样点所采不同深度的土样,可用同一号碼記上,但須註明不同的深度。

所有样品,都必須記載在另一記錄本中,記載內容包括标籤上所註明的全部材料。

分析样品的准备 大部分土壤分析,要求风干土样。但也有若干分析只要求采土时原狀土样(例如分析硝酸鹽、亞硝酸鹽及其他)。

保存潮湿的土样是不允許的,因为在各种微生物过程的影响下,土壤的化学性質会发生变化。因此,送往实验室的样品,应迅速阴干成风干状态。为此,把土样平鋪在質地緊密的紙上,使成厚度为 2 厘米左右的土层,置于室內 3—5 晝夜,并时常加以攪混,以加速干燥。此时,如发现大土块,应碎散之。置样品的房子必須保持干燥,通风良好,并且能防御外界酸的蒸气,氨及其他气体的侵入。

在达风干状态后,从样品中取出平均試样以供分析之用。要达到平均取样目的,把土样倒在紙上,小心混和弄平,使成正方形狀。划对角綫將正方式分为四部分,取相对两分供研磨之用,其他两分留作分析土壤結構用。在研磨样品前,从土中仔細挑去植物殘根及土壤侵入体。

土样的研磨,是以帶橡皮头的杵棒來进行的,这是为了分析土壤机械組成时所必須采取的措施。除全氮量及腐植質分析以外,对于一切分析項目,都要求試样通过 1 毫米篩孔的篩子。研磨土样及过篩工作,一直进行到篩网上无所留存或者仅見大于 1 毫米的石礫为止。經過这样处理以后,將土样装入帶磨砂瓶塞的瓶中,或者装入厚

的深度上,然后采样,同一土层样品,分析前应加以混合。

样品的包裝及标籤 將混合样品或单独样品,裝入小袋中或紙盒中,或簡單地用紙包上,在小袋或紙盒的一面,用鉛筆署上样品号碼、农庄名称、采土地点(农田或

紙小罐中,同时,投入記載試样詳細特征的标籤。留在篩网上土样的未碎部分,用紙包起放入同一样品盒中。

在盛試样的盒子正前方,写上标籤上所記載的內容。

分析全氮及腐植質用的試样的准备,則在本書 Н. П. 別列契科娃的文章中將有所說明。

参 考 文 献

- [1] Кошельков П. Н. Спутник агрохимика. Сельхозгиз, 1940.
- [2] Методы агрохимических, агрофизических и микробиологических исследований в поливных хлопковых районах. Изд. СоюзНИХИ, Ташкент, 1952.
- [3] Программа методических указаний по географической сети опытов с удобрениями. Под ред. И. Г. Найдина и Н. З. Станкова. Изд. ВУАА, М., 1947.
- [4] Садовников И. Ф. Почвенные исследования и составление почвенных карт. Сельхозгиз, М., 1953.
- [5] Щерба С. В. Методы полевого опыта с удобрениями. Статья в этом сборнике.
- [6] Указания по проведению почвенно-агрономических исследований в целях известкования и углубления пахотного слоя в колхозах Московской области. ВУАА, Изд-во «Московский рабочий», 1951.

(高拯民譯 朱祖祥校)

土壤中吸收性鹽基、石膏、碳酸鹽和水溶性物質的測定

3. Г. 依里科夫斯卡婭

分析土壤的準備 由調查地點運往實驗室作為分析用的土壤樣品，應當是風干狀態的。如果由田間運到的土樣不是完全干燥的，那末就把它們散于桌上，使吹至風干狀態為止。

為了得到平均試樣，首先把土樣散成長方形的均勻薄層，而後，按對角綫把它們分成四分。取兩個相對部分，作為分析之用，而另外兩分則保藏起來。把選出的平均土樣稱量，然後使它們通過直徑 1 毫米篩孔的篩子。未通過篩子的土壤移于瓷研鉢中，用木棒或末端帶膠皮頭的杵研磨。這時被磨碎的僅僅是土粒。把殘留下來的堅硬石塊和小砂礫收集一起，稱量和計算該試樣中含石礫之百分率。

把通過篩子的土壤小心地混合，並儲于帶磨口蓋子的瓶子或厚紙盒中，而後貼上註有剖面號、取樣深度、土壤名稱、取樣年月和地點的標籤。在厚紙盒上也貼上同樣的標籤。

吸濕水分的測定 在稱量瓶中稱取（精確度至 0.001 克）風干土約 5 克，然後于 105—110°C 條件下，烘干 6 小時。稱取稱量瓶及其所盛的烘干土壤的重量。將測出來的所取土樣中的水分換算為該土樣中水分百分率。換算時，如所取試樣等于 5 克，則只要把稱量瓶及其所盛土壤所損失的重量乘以 20，也就夠了。

當大量分析時，比較方便的方法為採用換算系數，把風干土換算成 105°C 烘干土。這個系數等于 100 比 100 減去該土壤中的水分百分率。例如，如果土壤中含 5% 的水分，則得到下面的系數：

$$\frac{100}{100-5} = \frac{100}{95} = 1.052.$$

這個系數可以被參加該土樣分析的所有工作者利用。

一、吸收性鹽基的測定

通過氯化銨溶液的代換作用來測定吸收性鹽基（鈣和鎂）

蓋德洛依茨（К. К. Гедройц）建議，在沒有被易溶性鹽類所鹽漬化了的和不含

碳酸鹽的土壤中，可以採用 1.0 N 氯化銨 (NH_4Cl) 溶液來代換吸收性陽離子。

于應用此方法進行分析之前，宜先對代換性鈣含量作定性試驗。為了這個目的，取 1—2 克土樣，加入 25 毫升 1.0 N 氯化銨溶液，振盪，通過小濾紙將溶液濾入試管中，然後加入 1 毫升飽和草酸銨溶液，將所得溶液煮沸一分鐘，並按照析出草酸鈣沉淀的多寡來判斷關於代換鈣的含量，及應稱取之分析試樣的重量。如果試管中由於痕量草酸鈣的存在而稍稍混濁，則分析時應取樣 10—20 克。如果此時有沉淀下降，則可取 5—10 克；如果沉淀很多，以致立刻將試管底部蓋滿，則取 2.5 克就夠了。

代換吸着性鹽基的是 1.0 N 氯化銨溶液。為工作方便起見，氯化銨溶液最好一次製備不少於 10 升。為此取化學純、不含鈣的氯化銨 535 克溶于少量熱水中，並濾到 10 升玻璃瓶中，將瓶中液體的體積稀釋至 10 升並調整該溶液的 pH 值。如果此時 pH 值不近於 6.5 則用弱酸或弱鹼溶液將其調整至 pH 6.5 左右 (6.4—6.6)。

將土壤試樣置于 100 毫升的燒杯中，以少量 (50 毫升左右) 氯化銨溶液處理之，用玻棒攪動後靜置，直至土壤完全沉于燒杯底部為止。此後，把液體部分用白帶濾紙過濾，過濾時盡量使土壤不傾入濾紙上。每當液體將要濾淨時，在燒杯中再加入少量氯化銨溶液，在土壤澄清以後，再將全部液體傾注于濾紙上過濾。用傾瀉法過濾，勿使土壤移入濾紙上，直至土壤被洗至濾液中完全無 Ca^{++} 為止 (可用草酸銨煮沸並靜置一小時以上試之)。對濾液進行含鈣的試驗不應太早，應待濾液蓄積至 300—400 毫升以後。用這樣數量的氯化銨溶液淋洗土壤時，代換性鈣通常完全可被代出。當過濾時漏斗應該用表皿蓋好，以防止漏斗中氯化銨的揮發。

在代換吸收性鹽基時不應間隔很長時間 (2—3 天)，因為這樣會使土壤漸漸干涸和使所得到的代換性鈣含量增高。如果土壤不被鹽基所飽和，則立刻與氯化銨作用生成鹽酸 ($\text{土壤-H} + \text{NH}_4\text{Cl} = \text{土壤-NH}_4 + \text{HCl}$)，這鹽酸會使一些三價元素的氧化物溶解。

因為三價元素的氧化物的存在會影響鈣特別是鎂的測定，所以必須把它由濾液中除去。為此，將淋洗土壤時所得到的全部濾液濃縮 (但勿使氯化銨結晶析出)。為了沉淀三價元素的氧化物，在熱濾液中加入 10% 的氨水，以甲基紅為指示劑，使溶液由紅轉黃為止 (這時稍稍能嗅到氨味)。指示劑的變色是產生在 pH 接近於 6.5 的時候，這時對三價元素的氧化物沉淀的析出最為適宜。過量的氨應避免，否則一部分鋁會重新轉入溶液中 (表 1)。

表 1 在不同 pH 值下, 鉄和鋁的溶解度(引自 K. K. 盖德洛依茨的实验)*

pH	溶液中殘存 Fe 的毫克当量	pH	溶液中殘存 Al 的毫克当量
2.6	2.3450	5.2	0.28
3.4	0.4550	5.4	0.18
3.8	0.0115	6.2	0.012
4.9	0.0018	6.5	0.004
5.2	0.0000	7.5	0.0081
6.1	0.0000	8.9	0.0152

* 实验条件: 取等量鉄和鋁于溶液中加入不同量之苛性鈉。

由表中可以看出, 氢氧化鉄是当 pH 在 3.0 左右时开始沉淀; 在 pH 4.9 时, 溶液中的鉄几乎没有残余, 而当 pH 5.2 时, 鉄就完全沉淀。

鋁在 pH 5.4—6.2 时仍保存于溶液中, pH 6.5 时, 鋁几乎就不残留在溶液中。在较为碱性反应(pH 7.5—8.9)时, 鋁又开始重新溶解。

將含有三价元素的氧化物沉淀的溶液加热至沸腾, 而后移置于热板上直至沉淀降于燒杯底部。在这时期不宜長時間煮沸, 因为三价元素的氧化物沉淀形成膠溶状态会使过滤发生困难。待氢氧化鉄和鋁沉淀降于燒杯底部后, 用直径为 9 厘米的白帶或紅帶濾紙过滤。濾紙和沉淀用 1% NH_4NO_3 (其中加入 1—2 滴 10% 的氨水) 洗滌。所获得的濾液作为测定其中鈣、鎂之用。

注意 如果用氯化銨淋洗土壤后, 濾液中含有許多有机質并呈現暗色, 則当該溶液濃縮时, 在沉淀 R_2O_3 之前, 須加入 3—5 滴濃硝酸, 使有机質破坏。

鈣的測定 濾液以 5% 的醋酸酸化至明显的酸性反应并用煮沸的草酸銨沉淀鈣: 取 10 毫升飽和(4%)的草酸銨溶液滴加于煮沸的溶液(濾液)中, 然后于溫熱处靜置 4 小时。已沉淀下的鈣放置不宜超过 4 小时, 既以防止鎂与其共同沉淀; 而且在这种条件下也很容易將沉淀上之 Cl^- 洗脫。当大量氯化銨存在时, 可以得到較粗大的沉淀, 就連白帶濾紙也不能透过。

如果欲以重量法測定鈣, 則所得之草酸鈣沉淀就用含有几滴草酸銨的溫水洗至无 Cl^- 反应(以 10% 硝酸酸化的硝酸銀溶液試驗之)。

把洗好的草酸鈣沉淀置于鉚或瓷坩堝中, 在 1,000—1,200°C 下灼燒。这时草酸鈣轉变成 CaO 。把 CaO 的重量乘上 0.715, 就得到所取試样中鈣的重量, 然后再換算成 100 克烘干土重。吸收性鹽基除用百分含量表示外, 通常还用毫克当量(мг-экв.)

来表示。为此，將吸收性鈣的百分率乘 1,000，再以鈣的当量(等于 20)除之。

如果以容量法測定鈣，則將所得之草酸鈣沉淀，用含有几滴 10% 氨水的蒸餾水洗滌。將洗至无 Cl^- 和草酸銨(以未經硝酸酸化的硝酸銀試驗之)的沉淀，溶于热的 5% 的硫酸中。將以前沉淀鈣时所用的燒杯置于漏斗下面，用热的 5% 的硫酸溶解草酸鈣沉淀。并用此酸洗滌濾紙几次。

將得到的溶液加热至沸，用 0.05 N 高錳酸鉀滴定至微紅色，使这一顏色在 1 分鐘內仍不消失为止。为了进行檢查，宜在滴定鈣以后，將漏斗上的濾紙浸于滴定过的溶液中。如果当时溶液顏色消失，則表示濾紙用硫酸洗滌还不够充分，必須再滴加高錳酸鉀至微紅色。1 毫升 0.05 N 高錳酸鉀溶液相当于 0.001 克鈣。將所得鈣的量換算成 100 克烘干土中的含量。代換性鈣的百分率乘 1,000 以 20 除(鈣的当量)，則得到 100 克烘干土中代換性鈣的毫克当量。

鎂的測定 將分离出鈣后所得的濾液与洗液合并(400—500 毫升)，蒸发至 250 毫升并以氨水中和之。然后，溶液用鹽酸酸化(以甲基紅为指示剂)，加入 20 毫升 10% 的磷酸氫二鈉(Na_2HPO_4)溶液，加热至沸，再用 10% 氨水中和，最后，加入 20—30 毫升濃氨水。將溶液放置 18—36 小时(这时不宜用玻棒強力攪拌，因为在此种情况下会引起鎂鹽迅速結晶，形成微小的。能透過濾紙的磷酸銨鎂沉淀)，用小型藍帶无灰濾紙過濾，再用 2.5% 氨水將沉淀洗至无 Cl^- 反应(以 10% 硝酸酸化的硝酸銀試驗之)。將帶有沉淀的濾紙置于称量过的坩堝中，小心烘干，再于电热板上慢慢使其灰化，最后，在馬福炉中或于煤气灯上灼燒至恒量。

当灼燒鎂鹽时往往不易得到白色沉淀物。故宜在灰化濾紙之前，用 2—3 滴濃硝酸把它湿润。

將已得到 $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 的重量乘 0.2184，就得到取作分析用土样中鎂的重量，然后，再把該試样換算成 100 克烘干土重。鎂的百分率乘 1,000，用 12.16 除(鎂的当量)，則得 100 克土中代換性鎂的毫克当量。

通过醋酸銨溶液的代換作用来測定吸收性鹽基

在代換吸收性鹽基的各种嘗試中，以醋酸銨溶液来进行代換(蕭倫別尔盖尔 Шолленбергер 所倡議的)是較好的方法之一。

这方法的优点是淋洗土壤后，在濾液蒸发过程中，醋酸銨溶液很容易分解，且当灼燒干涸殘渣

时,它会被完全除去。因而,得到的溶液在沉淀鈣鎂时就不含有过剩的鹽类,而这种現象在用氯化銨(或氯化鈉)代換吸收性鹽基时则会发生的。此外,这个方法还允許在同一濾液中測定鈣、鎂、鉀和鈉。

这个方法的缺点是必須預先將有机質破坏和必須在通风厨中进行工作。为了蒸发和破坏醋酸銨,就需有足够的水浴。对大批分析工作来講,如有设备很好的實驗室,則这个方法是很方便的。

取 5—10 克土样,用 pH 6.5 左右的醋酸銨溶液洗至无 Ca^{++} 反应,將燒杯中的濾液置于电热板上,蒸发至 50—60 毫升。在蒸发过程中用 3% 的过氧化氢和 10% 的硝酸破坏有机質。然后,將所得到的溶液以甲基紅为指示剂用氨水沉淀 R_2O_3 。为此滴加 10% 的氨水使溶液由紅轉至黃色。最后,將燒杯中溶液加热至沸,于溫热的电热板上靜置。如果沉淀的 R_2O_3 成为絮狀,則以疏松的濾紙過濾。濾紙上的沉淀用含有 1—2 滴氨水的 1% 硝酸銨洗滌几次。而后,以甲基紅为指示剂,用醋酸溶液酸化濾液至成玫瑰紅色。再由吸管内每次滴加少量煮沸的草酸銨溶液于热溶液中,使鈣沉淀。將盛有 CaC_2O_4 沉淀的燒杯置于溫热处靜置 4 小时,濾过。此后,再用重量法或容量法測定鈣。这以后,用如前所述的普通方法在濾液中沉淀鎂。鈣和鎂用百分率和 100 克土中毫克当量数來表示。

假如必須測定鈣、鎂、鉀和鈉,則以 1.0N 醋酸銨淋洗土壤后,將濾液置于瓷蒸发皿中,于水浴上蒸发至干。再用几滴过氧化氢和 10% 的硝酸把有机質破坏并灼燒所得到的沉淀至除去氨为止。与此同时溶液中所有醋酸銨即全部分解而揮发。于沉淀冷却后,用 10% 的鹽酸溶解并濾入 100—200 毫升的容量瓶中。蒸发皿和濾紙用鹽酸酸化的热水洗滌。將容量瓶中的溶液稀釋至刻度;取一半溶液測定鈣和鎂,而另一半測定鉀和鈉。

鈣和鎂用上述方法測定,鉀和鈉尽可能用光譜分析法进行測定。用这种方法时就不需要对溶液进行特殊的預措。

用一般化学方法測定鉀和鈉,須先从分析液中除去过剩的鈣和鎂,为此,吸取一定量(25—50 毫升)的溶液,置于 100 毫升的瓷皿中,加入 10% 碳酸銨溶液和数滴氨水,以酚酞为指示剂使溶液呈碱性反应。用表玻面盖住蒸发皿,于沸水浴上保持 30 分鐘。然后,過濾,將過濾所得到的沉淀,用热蒸餾水洗滌以溶解鉀和鈉。把含有鉀和鈉的濾液移入于 100 毫升的容量瓶中。为測定其中鈉,取此溶液 25 毫升,蒸发至