

烟草农化分析

宋少堂 编



河南省农业科学院烟草研究所

PDG

烟草农化分析

宋少堂 编著

河南省农业科学院烟草研究所

一九八七年五月

前 言

随着我国烟草科学的发展，越来越需要对大量数据进行统一处理。统一分析方法是大量数据统一处理的前提。如对一些全国性重大课题的综合研究，各单位之间资料的相互比较和交流，以及为了逐步建立我国的烟草农化信息系统等，都需要有统一的分析方法。因此统一分析方法，以便更广泛、更有效、更充分的利用各项数据，是烟草农化科学发展的需要和烟草农化科技工作的迫切愿望。

本书共分二章十六节，分别介绍土壤、烟草样品的采集和制备；土壤养分、土壤酸碱性、土壤可溶盐分；烟草中糖类、含氮化合物、植物碱类、灰分、总凝聚物及译制美国卷烟滤嘴中薄荷醇类的测定等的分析。此外，附录一些烟草农化分析中常用的指示剂、缓冲溶液、酸碱溶液配制及标定等。

本书介绍的分析项目和方法，限于常规或例行分析。选用方法的基本原则是：方法原理和分析技术比较成熟，结果熟定可靠，能满足生产和科研实际工作所要求的准确度、精密度、和速度；比较适合我国烟草农业生产的具体情况，并有国产仪器和试剂可供使用；操作简便，技术和设备能适合于大多数实验室（如地、县级分析室）。

我们愿意向全国烟草农化科研生产工作者和农业院校有关专业的师生推荐本书提供的分析法。竭诚欢迎广大读

者大力支持和合作，对本书的缺点和错误提出修改意见，为进一步推动我国烟草农化分析方法的统一而共同努力。

编写过程中，得到轻工部烟草研究所检测中心、河南农大烟草教研室及我所副研究员梁洪敏，助研斗逢科等同志的大力支持与帮助，提出了许多宝贵意见，在此表示衷心感谢。

编者

一九八七年五月七日于许昌

目 录

第一章 土壤分析法..... (1)

第一节 土壤样品的采集与处理..... (1)

一、土壤样品的采集..... (1)

二、土壤样品的数量..... (3)

三、土壤样品的制备和贮存..... (4)

第二节 土壤水份的测定..... (5)

A、烘干法..... (5)

B、酒精燃烧法..... (6)

第三节 土壤氮的分析..... (7)

一、土壤全氮的测定..... (7)

A $K_2Cr_2O_7-H_2SO_4$ 消化法 (7)

B 扩散吸收法..... (12)

二、土壤水解性氮的测定(碱解蒸馏法)..... (15)

三、土壤速效氮的测定(蒸馏法)..... (18)

第四节 土壤磷的分析..... (21)

一、土壤全磷的测定(酸熔—钼锑抗比色法) (21)

二、土壤速效磷的测定..... (24)

A 0.5M $NaHCO_3$ 浸提—钼锑抗比色法..... (25)

B 0.025N NH_4Cl —0.03N NH_4F 浸提—钼锑抗比色法 (27)

第五节 土壤钾的分析	(29)
一、土壤全钾的测定 (火焰光度法)	(30)
二、土壤缓效性钾的测定 (火焰光度法)	(34)
三、土壤速效性钾的测定 (INNH_4AC 浸提 一火焰光度法)	(36)
第六节 土壤有机质的测定	(39)
一、土壤有机质的测定 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 容量法)	(40)
二、土壤活性有机质的测定 (稀释热法)	(44)
第七节 土壤PH值的测定	(47)
A、电位滴定法	(47)
B、比色法	(52)
第八节 土壤水溶性盐分的分析	(53)
一。待测溶液的制备	(55)
二、烘干残渣及水溶性盐总量的测定 (重量 法)	(56)
三、碳酸根及碳酸氢根离子的测定 (双指示剂 中和法)	(58)
四、氯离子的测定 (AgNO_3 滴定法)	(60)
五、硫酸根离子的测定 (EDTA 容量法)	(61)
六、钙和镁离子的测定 (EDTA 容量法)	(64)
第二章 烟草植株分析方法	(68)
第一节 烟草样品的采集和处理	(68)

一、烟草样品的采集	(68)
二、烟草样品的处理	(68)
第二节 烟草水份的测定	(69)
A、常压恒温干燥法	(69)
B、减压干燥法	(70)
第三节 烟草中糖类分析	(72)
一、烟草中粗纤维素的测定(重量法)	(72)
二、水溶性糖的测定	(74)
(一)还原糖的测定	(75)
A Cu还原— KMnO_4 滴定法	(75)
B Cu还原—直接滴定法	(79)
C 斐林比色法(试用)	(81)
(二)水溶性总糖的测定	(83)
A HCl转化—Cu还原— KMnO_4 滴定法	(83)
B 蒽酮比色法(试用)	(84)
三、总糖量的测定	(87)
四、蔗糖的计算	(88)
五、淀粉含量的测定	(88)
A HCl水解— KMnO_4 滴定法	(89)
B 水浸提—碘比色法	(90)
第四节 烟草中含氮化合物的测定	(92)
一、总氮量的测定	(93)
A $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ — H_2SO_4 消化法	(93)
B HClO_4 — H_2SO_4 消化法	(95)
二、蛋白质的测定	(97)
三、可溶性氮化合物的测定	(98)

四、含有硝酸盐的烟草样品中氮的凯氏测定	
法(美国).....	(99)
第五节 烟草中植物碱类的测定	(101)
一、挥发性碱类的测定(H_3PO_4 —KOH蒸馏法).....	(102)
二、尼古丁(烟碱)的测定.....	(105)
A 钨硅酸重量法.....	(106)
B 紫外分光光度法.....	(108)
三、总植物碱及去甲基碱的测定.....	(110)
第六节 烟草中灰分的测定	(113)
一、总灰分的测定(干灰化法).....	(114)
二、钾离子的测定.....	(115)
A 重量法.....	(115)
B 火焰光度法.....	(117)
三、氯离子的测定.....	(118)
A 重量法.....	(118)
B AgNO_3 滴定法.....	(119)
C 烟草中氯化物的电位滴定法(美国).....	(121)
四、磷的测定.....	(122)
A 钒钼黄比色法.....	(122)
B 钼锑抗比色法.....	(124)
第七节 烟草烟气中总凝聚物及烟碱的测定	(125)
第八节 卷烟过滤嘴中薄荷醇类的测定	(129)
一、切去滤嘴的盒装卷烟和烟末中甘醇、丙撑	
二醇和三甘醇的气相色谱测定法.....	(129)

二、Cambridge过滤嘴填料中烟碱的气相色谱 法测定.....	(132)
三、卷烟过滤嘴中薄荷醇的比色法测定.....	(134)
四、卷烟过滤嘴中薄荷醇的气相色谱法测定	(136)

附录:

一、常用元素的原子量表.....	(139)
二、酸碱指示剂.....	(140)
三、酸碱混合指示剂.....	(143)
四、氧化还原指示剂.....	(145)
五、络合指示剂.....	(146)
六、常用PH标准缓冲溶液与温度关系表	(148)
七、PH标准缓冲溶液系列的配制表	(148)
八、酸碱和EDTA及KMnO ₄ 标准溶液的配制 和标定.....	(150)
九、葡萄糖、果糖含量HammOnd(汉、蒙) 表.....	(158)
十、普通浓酸、浓碱试剂的浓度及比重表.....	(163)
十一、标准筛孔对照表.....	(164)
十二、透光率(%T)与吸收值(A)的换算	(165)

第一章 土壤分析方法

第一节 土壤样品的采集与处理

土壤样品的采集是土壤分析工作中的一个重要环节，是关系到分析结果和由此得出的结论是否正确的一个先决条件。因此，必须选择有代表性的地点和代表性的土壤。此外，要根据分析目的不同而采用不同的采样方法和处理方法。

一、土壤样品的采集

1、土壤剖面样品

土壤样品的采集方法根据分析目的不同而有差异。如果是分析土壤基本理化性质，必须按土壤发生层次采样。在选择好挖掘土壤剖面的位置后，先挖一个 1×1.5 米的长方形土坑，长方形较窄的向阳一面作为观察面，挖出的土壤应放在土坑两侧，土坑的深度根据具体情况确定，一般要求达到母质或地下水即可，大多在1—2米之间。然后根据土壤剖面的颜色、结构、质地、松紧度、湿度、植物根系分布等，自上而下的划分土层，进行仔细观察，描述记载，将剖面形态特征逐一记入剖面记载簿内，也可作为分析结果审查时的参考。观察记载后，就自下而上的逐层采集分析样品，通常采集各发生土层中位置的土壤，而不是整个发生层都采。随后将所采样品放入塑料袋或布袋内，通常一般采集土样1公斤左右，在土袋内外应附上标

签，写明采集地点，土层深度，剖面号数，采样深度，采集日期和采集人。

2、土壤物理性质样品

如果是进行土壤物理性质的测定，须采原状样品。如测定土壤容重和孔隙度等物理性质，其样品可直接用环刀在各土层中部取样。对于研究土壤结构性的样品，采样时须注意土壤湿度，不易过干或过湿，最好在不粘铲的情况下采取。此外，在取样过程中，须保持土块不受挤压，不使样品变形，并须剥去土块外面直接与土铲接触而变形的部分，保留原状土样，然后将样品置于白铁盒中保存，携回室内进行处理。

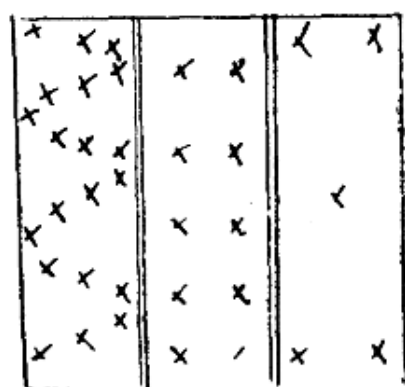
3、土壤盐分动态样品

研究盐分在剖面中的分布和变动时，不必按发生层次采样，而自地表起每10—20厘米采集一个样品。

4、耕作土壤混合样品

为研究植物生长期內土壤耕作层中养分供求情况，采样一般不需挖土坑，只要取耕作层土壤20厘米左右。对作物根系较深的土壤，可适当增加采样深度(20—30厘米)。为了正确地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点的多少，通常为5—20个点，可采用(图1)所示蛇形取样法进行采样。采样方法是在确定的采样点上，用小土铲斜向向下切取一片片的土壤样品(图2)，然后将样品集中起来混合均匀。

(正确) (不适当的)



×代表取样点位置

图1 土壤采样点的方式

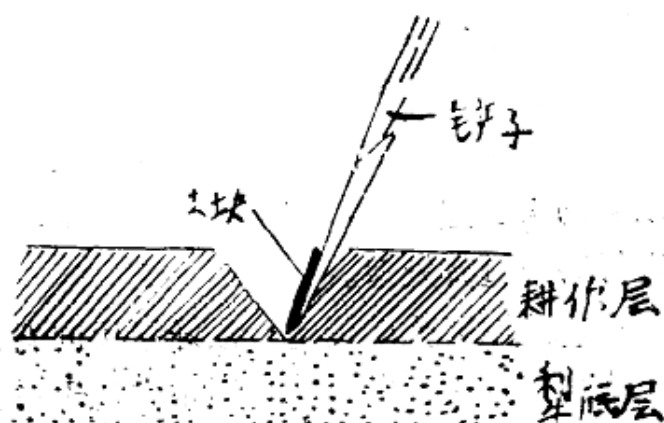
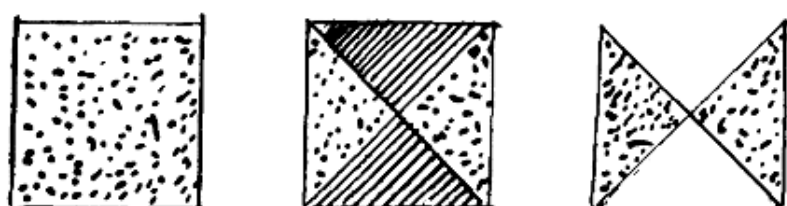


图2 土壤采样图

二、土壤样品的数量

采来的土壤样品如果数量太多，可用四分法将多余的土壤弃去，一般1公斤左右的土壤样品即够供化学、物理分析之用。四分法的方法是：将采集的土壤样品弄碎混匀

并铺成四方形，划分对角线分成四份，再把对角的两份并为一份，如果所得的样品仍然很多，可再用四分法处理，直到所需数量为止（见图3）。



第一步

第二步

第三步

图3 四分法取样步骤图

三、土壤样品的制备和贮存

从田间采来的土壤样品，应及时进行风干，以免发霉而引起性质的改变。其方法是將土壤样品弄成碎块，铺在干净纸上或方瓷盘里，摊成薄层放于室内阴凉通风处风干，常加以翻动来加速干燥，切勿阳光直接曝晒，风干后的土样再进行磨细过筛处理。

对于土壤速效性养分的测定，最好用田间新鲜样品直接用快速方法测定，也可将土样取回室内风干后测定。

化学分析时，取风干样品一份，仔细挑去石块，根茎及各种新生体和侵入体，再用园木棒将土样碾碎，使全部通过18号筛（1毫米），这种土样可供速效性养分及交换性能PH等项目的测定。分析有机质、全氮等项目时，可取一部分已通过18号筛的土样进一步研磨，使其全部通过60号筛（0.25毫米）止。如果碱溶法测定全磷、全钾等项

目时，须将通过60号筛的土样取一部分继续研磨，并全部通过100号筛（0.149毫米）为止。研磨过筛后的样品混匀后，即可装瓶，并贴上标签写上号码。瓶内样品应存放在样品架上，尽量避免日光、高温、潮湿和酸碱性气体等的影响，否则影响分析结果的准确性。

第二节 土壤水份的测定

植物生长发育所需要的水分，主要是由土壤供给的。土壤中养分的转化和释放也必须在有水的情况下才能进行，因此，土壤中含水量的多少直接影响农作物的生长、发育及其产量与品质。经常了解土壤中水份状况，可以及时提供排灌措施，从而保证植物生长发育良好获得高产。

土壤水分的测定方法有很多种，烘干法是最常用的方法。酒精燃烧法准确性虽较差，但方法简便，易于在野外进行，也是常用的方法。

A 烘干法

烘干法是测定土壤含水量的通常使用方法。其测定本身的误差取决于取样的代表性。所以在田间取样时，需要注意取样点的代表性。

1、仪器：

1 / 100天平，铝盒、恒温烘箱，干燥器。

2、操作步骤：

用已知重量的铝盒在天平上称取土样15—20克。将盛土样的铝盒放入烘箱中，打开铝盒在105°—110°C温度下连续烘6个小时，取出后放在干燥器中冷至室温，称重。

称重后再将铝盒盖错开，放入105—110°C温度的烘箱中再烘2小时，取出放入干燥器中冷却称重。如此连续烘至恒重（前后两次称重相差不得超过0.05克）。

3、结果计算：

$$\text{土壤含水量}\% = \frac{\text{湿土重} - \text{烘干土重}}{\text{烘干土重}} \times 100$$

B酒精燃烧法

酒精在湿土中燃烧，使水份迅速蒸发干燥。酒精燃烧时火焰距土面2—3厘米，土壤温度约70—80°C，当火焰将熄灭前几秒钟，土温迅速上升到180—200°C，然后很快下降至85—90°C，缓慢冷却，由于高温阶段时间很短，所以，样品中的有机质及盐类损失甚微（有机质含量高于5%的样品不适应于本法）。

此法测定全过程只需20分钟左右，这种快速测定方法很适合田间测定。

1、试剂及仪器：

无水乙醇，铝盒，1/100天平。

2、操作步骤：

称取土壤样品10克，放入已知重量的铝盒中。向铝盒内加酒精，使样品全部被酒精浸没。点燃铝盒内酒精，经数分钟后熄灭，待样品冷却后，再加少量酒精燃烧，冷却片刻称重。一般情况下，样品经两次燃烧即达恒重。

3、结果计算：同干燥法

将平行测定的结果，取其算术平均值，以一位小数（%）表示。平行测定结果的允许误差不得大于1%。

第三节 土壤氮的分析

一、土壤全氮的测定

土壤全氮量是判别土壤肥力高低的主要数量指标之一。土壤中氮素的积累，主要来源于：动植物残体的积累，有机或无机肥料的使用，土壤中微生物的固定，随着大气降水进入土壤中的氮素。

土壤中氮素的形态可分为无机态和有机态两类。其中能被植物直接吸收利用的无机态氮仅占全氮量的5%左右，而绝大部分以有机形态存在。有机态的氮素在微生物的活动下逐步矿化后，最后才能被植物吸收利用。所以，测定土壤全氮量有助于我们了解土壤的供氮水平，作为拟订氮肥施用计划的依据。

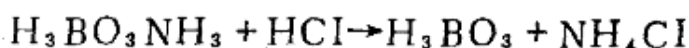
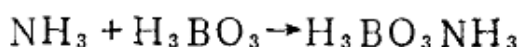
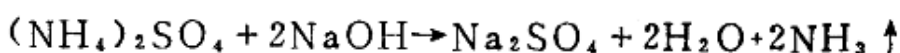
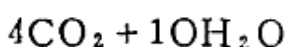
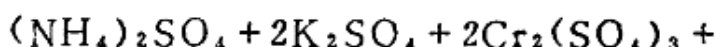
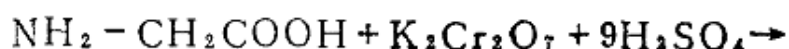
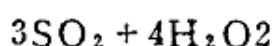
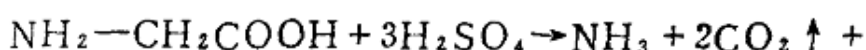
土壤全氮的测定方法很多：有重铬酸钾—硫酸消化法，高氯酸—硫酸消化法，硒粉—硫酸铜—硫酸消化法，扩散吸收法等。现着重对重铬酸钾—硫酸消化法和扩散吸收法介绍如下：

A $K_2Cr_2O_7-H_2SO_4$ 消化法

1、原理：

用 $K_2Cr_2O_7-H_2SO_4$ 消煮土壤样品，反应极为复杂。有机态氮中的蛋白质经过 H_2SO_4 水解，水解成最简单的氨基酸，氨基酸在氧化剂 $K_2Cr_2O_7$ 的参与下转化成氨，氨又进一步与硫酸结合成 $(NH_4)_2SO_4$ 。样品中无机的氨态氮则转化成为 $(NH_4)_2SO_4$ ，而极微量的硝态

氮（一般土壤中此类氮素可忽略不计），则在加热过程中逸出而损失，（因而此法测得的全氮量不包括硝态氮）。然后再用浓碱蒸馏，使 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 转变为氨而蒸出，用 H_3BO_3 来吸收被蒸出的氨，以标准 HCL 滴定。根据标准酸用量来计算土壤含氮量。以上过程可简单用下列方程式表示。



2、试剂与主要仪器：

〔试剂〕

（1）浓 H_2SO_4 （化学纯）比重1.84。

（2）饱和 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液，称取200g（化学纯） $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶于1000 ml热蒸馏水中。

（3）40% NaOH 的溶液：称取工业用固体 NaOH 400克，加水溶解不断搅拌（防止烧杯底部固结）再稀释至1000 ml，贮于内部涂有石蜡的大试剂瓶或塑料瓶中，备用。

（4）2% H_3BO_3 溶液：称取20g H_3BO_3 （分析纯），溶于500 ml热蒸馏水中，冷却后定容至1升。最后用稀