



农业科学技术丛书

# 土壤农化常规分析法

四川人民出版社

农业科学技术丛书

# 土壤农化常规分析法

四川省农科院土肥所  
土壤农化分析室编著

四川人民出版社

一九八〇年·成都

封面设计：曹辉祿

### **土壤农化常规分析法**

---

四川人民出版社出版 (成都盐道街三号)  
四川省新华书店发行 渡口新华印刷厂印刷

---

开本 787×1092 毫米 1/32 印张 6 字数 115 千  
1980 年 12 月第 1 版 1980 年 12 月第 1 次印刷  
印数：1—1,000 册

---

书号：16118·56 定价：0.64 元

## 前 言

为了更好地为农业现代化服务，我们将历年来在实践中采用的土壤农化分析方法编写成册。这些方法在我省各地区和四级农科网的具体条件下，都可试行。多数项目无需大型贵重仪器。原理部分深入浅出，操作部分详尽细致，可供土壤农化分析工作者参考，亦可供具有高中文化水平的社员自学。

本书土壤分析部分由傅绍清整理，肥料分析部分由杨锡钰整理，植株分析部分楼根林整理。各章、节分别由杨锡钰、李珍祥、傅绍清、丁昌正、宋金玉、张贵知、苏志琼、刘扬智、王国权、宋怡等校阅。

目前，全国正开展土壤普查，愿本书的出版对该项工作有所补益。

四川省农科院土肥所土壤农化分析室

一九八〇年二月

# 目 录

## 土 壤 分 析

- 一、土壤样品的采集和制备 ..... ( 1 )
- 二、土壤水分的测定(烘干称重法) ..... ( 3 )
- 三、土壤活性有机质的测定(重铬酸钾氧化法) ..... ( 3 )
- 四、土壤氮的测定 ..... ( 9 )
  - (一)土壤全氮的测定(克氏法) ..... ( 9 )
  - (二)土壤有效氮的测定(碱解扩散法) ..... ( 23 )
  - (三)土壤硝态氮和铵态氮的连续测定(蒸馏法) ..... ( 25 )
  - (四)土壤硝态氮和铵态氮总量的测定(扩散法) ..... ( 28 )
- 五、土壤磷的测定 ..... ( 29 )
  - (一)土壤全磷测定(硫酸—高氯酸分解, 钼锑抗比色法) ... ( 29 )
  - (二)非碳酸盐土壤有效磷的测定(酸性氟化铵浸提, 钼锑抗比色法) ..... ( 35 )
  - (三)碳酸盐土壤有效磷的测定(碳酸氢钠浸提, 钼锑抗比色法) ..... ( 38 )
  - (四)土壤有机磷的测定 ..... ( 39 )
    - 1. 低温灼烧法 ..... ( 39 )
    - 2. 高温灼烧法 ..... ( 41 )
- 六、土壤钾、钠的测定 ..... ( 42 )
  - (一)土壤全钾的测定 ..... ( 42 )
    - 1. 碳酸钙—氯化铵熔融法 ..... ( 42 )

2. 氢氟酸—过氯酸分解法 .....	(48)
3. 氢氧化钠熔融法 .....	(51)
(二) 土壤有效钾的测定 .....	(52)
1. 亚硝酸钴钠比浊法 .....	(52)
2. 四苯硼钠比浊法 .....	(54)
3. 火焰光度法 .....	(57)
(三) 土壤全钠的测定(氢氟酸—过氯酸分解, 火焰 光度法) .....	(58)
七、土壤钙、镁的测定 .....	(60)
(一) EDTA 容量法测钙、镁 .....	(60)
(二) 二甲酚橙比色法测钙 .....	(65)
(三) 达旦黄比色法测镁 .....	(68)
八、土壤全量硅、铝、铁、钛的测定 .....	(72)
(一) 土壤样品的分解(碳酸钠熔融) .....	(72)
(二) 硅的测定(动物胶重量法) .....	(73)
(三) 铝的测定(EDTA—容量法) .....	(75)
(四) 铁的测定(邻菲罗啉比色法) .....	(78)
(五) 钛的测定(过氧化氢比色法) .....	(80)
九、土壤有效硼、锌、钼、锰的测定 .....	(82)
(一) 土壤有效硼的测定(沸水浸提, 姜黄素比色法) .....	(82)
(二) 土壤有效锌的测定 .....	(85)
1. 双硫踪比色法 .....	(85)
2. 示波板谱法 .....	(90)
(三) 土壤有效钼的测定 .....	(92)
1. 硫氰酸钼比色法 .....	(92)
2. 催化板谱法 .....	(96)

(四) 土壤代换性锰的测定 (高碘酸钾氧化法) .....	(99)
十、土壤代换性能的测定 .....	(102)
(一) 阳离子代换量的测定 (醋酸铵—EDTA法) .....	(102)
(二) 代换性盐基总量的测定 (盐酸代换法) .....	(104)
(三) 水解酸的测定 (醋酸钠水解法) .....	(106)
(四) 盐基饱和度的计算 .....	(109)
十一、土壤酸碱度的测定 (电位法) .....	(109)
十二、土壤氧化还原电位的测定 (电位法) .....	(113)
十三、土壤肥力速测法 .....	(115)
(一) 土壤样品采集 .....	(116)
(二) 土壤田间含水量的测定 (灼烧法) .....	(116)
(三) 土壤酸碱度的测定 (比色法) .....	(116)
(四) 土壤硝态氮的测定 (硝酸试粉比色法) .....	(118)
(五) 土壤铵态氮的测定 (纳氏试剂比色法) .....	(120)
(六) 中性土和石灰性土有效磷的测定 (碳酸氢钠浸提, 钼锑抗比色法) .....	(121)
(七) 酸性土有效磷的测定 (盐酸浸提, 钼锑抗比色法) .....	(124)
(八) 土壤有效钾的测定 (亚硝酸钴钠比色法) .....	(125)
(九) 土壤碳酸盐的测定 (盐酸泡沫法) .....	(126)
(十) 土壤硫化物的测定 (盐酸定性法) .....	(127)
(十一) 测定结果的应用 .....	(128)

## 肥料分析

一、肥料样品的采取与制备 .....	(129)
二、肥料中水分的测定 (烘干称重法) .....	(130)

三、氮肥的测定	(131)
(一) 有机肥料全氮的测定(克氏蒸馏法)	(131)
(二) 有机肥料速效氮的测定(氯化钠浸提, 蒸馏法)	(133)
(三) 铵态氮肥料含氮量的测定	(134)
1. 蒸馏法	(134)
2. 甲醛法	(135)
3. 酸量法	(137)
(四) 硝态氮肥料含氮量的测定(锌、铁粉还原蒸馏法)	(139)
(五) 尿素肥料含氮量的测定(硫酸分解蒸馏法)	(140)
(六) 氰氨态氮肥料含氮量的测定(克氏蒸馏法)	(141)
四、磷肥的测定	(142)
(一) 有机肥料全磷的测定(钒钼黄比色法)	(142)
(二) 矿质磷肥全磷的测定(钒钼黄比色法)	(144)
(三) 矿质磷肥有效磷的测定	(146)
1. 过磷酸钙、重过磷酸钙有效磷的测定(彼得曼试剂法)	(147)
2. 沉淀磷酸钙有效磷的测定(中性柠檬酸铵浸提法)	(150)
3. 热法磷肥有效磷的测定(柠檬酸浸提法)	(152)
五、钾肥的测定	(153)
(一) 有机肥料全钾的测定(亚硝酸钴钠容量法)	(153)
(二) 草木灰全钾的测定(盐酸浸提法)	(155)
(三) 化学钾肥含钾量的测定	(156)
六、腐殖酸类肥料的测定	(156)
(一) 腐殖酸总量的测定(焦磷酸钠碱液浸提法)	(157)
(二) 游离腐殖酸的测定(氢氧化钠浸提法)	(159)



(三) 酸度测定.....	(160)
1. 总酸度的测定(氢氧化钡代换法).....	(160)
2. 羧基酸度的测定(醋酸钙代换法).....	(162)
(四) 氮、磷、钾营养元素的测定.....	(163)

## 植 株 分 析

一、植株样品的采集与制备.....	(165)
二、植株成分的分析.....	(166)
(一) 植株中蛋白质的测定(克氏法).....	(166)
(二) 植株中可溶性糖的测定(蒽酮法).....	(168)
(三) 植株中还原糖的测定(砷钼蓝法).....	(170)
(四) 植株中蔗糖的测定(酸水解法).....	(174)
(五) 植株中淀粉的测定.....	(175)
1. 酶水解法.....	(175)
2. 酸水解法.....	(177)
(六) 植株中脂肪的测定(乙醚提取法).....	(179)

# 土壤分析

## 一、土壤样品的采集和制备

分析用的土壤样品必须有代表性，就是能够代表这种土壤或这块试验地的土壤性状，而且制备的样品必须要均匀一致，才能取出少量样品作分析。在自然条件下，土壤是个不均匀体，经过耕作施肥等操作，新加的物质很难分布均匀，因此在采样时选点就必须多，并从各点取出数量相等的土壤混合均匀后，制成混合样品。一般试验地块0.05~0.1亩选3~6个点，0.1~0.3亩选6~10个点，地块更大，采样点则应相应增多。取样深度，一般以耕作层为表层（0~15厘米），由犁底到50厘米作为底土层，对于长期试验取样深度，可以增至50~100厘米（在土壤调查分类时，采取土样应按发生层次，分层取样为宜）。采样时必须注意，不能在刚施肥或刚灌水以后（有特殊目的例外）及非代表性的地点（厩肥及其它肥料堆下面、陷井、路旁、小土丘等）采样。当采样点确定后，用干净的土铲将田地表面的植物残体除去，然后用土铲垂直地将土壤切成一垂直面，在垂直面上取土，或用土钻取土。各点按层次分别取同量样品，然后按层次分别充分混合均匀，即为该试验地的混合样品。如果所取的混合样

品超过 2 斤，采用对角弃置法淘汰至需要的重量，然后装入样品袋中。用牛皮纸做标签，再将土壤名称，试验区名称和编号，取土深度、层次，采样时间，土袋号数及采集人等情况，在牛皮纸标签上面详细注明。

土壤样品采回后，送到化验室进行登记，然后将样品摊开，把土团弄碎，用镊子拈出草木的根茎和其它杂质（如昆虫、卵石等），如有新生体（铁锰结核、石灰结核等）也要除去。然后仔细混合均匀，把它摊成薄层，放在通风良好，干燥，无氨气、酸性或其它影响分析的气体浸入的地方，进行风干。土壤风干后用对角弃置法，取均匀的样品约 300~500 克（剩余的土壤仍保持在原土袋中作样品保存或作物理分析用），放在研钵中研碎，使它全部通过 0.5~1 毫米筛孔的筛子（一般化学分析都用 0.5~1 毫米筛孔的样品），不得抛弃遗漏。如有留在筛子上的砾石、粗砂要除去，如作物理分析则应称重，并计算其百分数。

测定全氮和有机质等的样品还需进一步制备，将通过 0.5~1 毫米筛孔的土样放在纸上，摊成薄层，用骨匙多点取出样品 30 克左右，用镊子尽可能完全地拈去植物残体等杂质，研细后全部通过 0.25 毫米筛孔的筛子。

制好的土壤样品，均置于具磨口玻璃塞的广口瓶中，并贴好标签。

用于田间土壤肥力速测的样品，应在取样后，立即进行测定，以免养分转化。

## 二、土壤水分的测定(烘干称重法)

称 2~3 克土壤于称量皿中放入烘箱, 在 105℃ 下烘 8 小时后取出, 将盖盖好, 放入干燥器中, 冷却至室温时, 然后称重, 再放入烘箱中烘 2 小时 (105℃), 冷却后, 再称重, 直到前后两次所得重量相差小于 3 毫克时为止。

计算公式如下:

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

式中:  $W_1$ ——称量皿+土壤样品重量(克)

$W_2$ ——称量皿+土壤样品烘干后的重量(克)

$W$ ——土壤样品的重量(克)

## 三、土壤活性有机质的测定(重铬酸钾氧化法)

### 1. 测定原理

土壤有机质包含三部分物质: 动、植物残体; 动、植物残体分解的各种产物及微生物生命活动的产物; 土壤腐殖质。土壤活性有机质包括上述第二、三部分, 及第一部分中能通过 1 毫米筛孔的物质。

测定土壤活性有机质的常规方法是在加热条件下, 用一定量的标准重铬酸钾—硫酸溶液来氧化土壤活性有机质, 剩余的重铬酸钾用标准硫酸亚铁来滴定, 从所耗去的重铬酸钾

计算有机质的含量。重铬酸钾主要是与有机质中的有机碳作用，其反应如下：

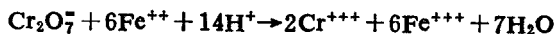
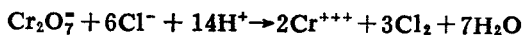


从上式可见，测定土壤有机质，实际是测定土壤有机碳，为了换算成土壤有机质，通常认为土壤有机质的平均含碳量为58%，因此，土壤有机碳含量乘系数1.724即为土壤有机质。

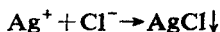
各种元素状态的碳（石墨、碳、煤等）基本上不被重铬酸钾分解，碳酸盐也不与重铬酸钾发生反应。

重铬酸钾氧化法，其氧化率与温度及催化剂有关。利用硫酸的反应热，氧化温度约为120℃，有机碳的氧化率是60~86%。当加热使氧化温度为155~160℃时，则氧化率可达85~90%，但若继续升高温度，氧化率不再提高，因为重铬酸钾氧化法对有机碳的氧化并不完全。在加热氧化时，加入硫酸银作催化剂，有机碳的氧化率可进一步提高到96%。计算测定结果时，由于测定条件不同，采用的校正系数也不同。如加热氧化（155~160℃）校正系数为1.10；加热氧化，并加入催化剂硫酸银，校正系数为1.04。

氯离子（ $\text{Cl}^-$ ）和亚铁离子（ $\text{Fe}^{++}$ ）会干扰有机质的测定。两者都要消耗重铬酸钾，使测定结果偏高，它们与重铬酸钾的反应如下：

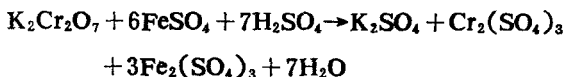


加硫酸银，可防止氯离子干扰，用硫酸银中的银离子（ $\text{Ag}^+$ ）与氯离子（ $\text{Cl}^-$ ）生成难溶性的氯化银沉淀：



若将土壤充分风干，可使亚铁离子氧化为高铁离子（ $\text{Fe}^{+++}$ ），从而消除亚铁离子的干扰。测定有机质的土壤，不能用铁制或钢制研钵研磨，否则会引入还原性金属铁，而受到干扰。

重铬酸钾氧化有机碳后，过量的重铬酸钾用硫酸低铁（或硫酸低铁铵）滴定，其反应如下：



上述反应可选用邻啡罗啉为指示剂，当用硫酸低铁滴定重铬酸钾时，溶液颜色由橙红色到绿色再转变为砖红色即为滴定终点。也可用二苯胺作指示剂，溶液由深蓝色变为绿色即为滴定终点。但在  $2N \text{H}_2\text{SO}_4$  溶液中  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/\text{Cr}^{+++}$  体系的标准电位为 1.03 伏， $\text{Fe}^{+++}/\text{Fe}^{++}$  体系的标准电位为 0.69 伏。在  $2N \text{H}_2\text{SO}_4$  溶液中，用  $\text{Fe}^{++}$  滴定  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  时，滴定曲线的突跃范围为 1.22~0.85 伏，而二苯胺的变色电位为 0.76 伏，落在滴定曲线突跃范围之外（邻啡罗啉的变色电位为 1.14 伏，在突跃范围之内）。而且在滴定过程中， $\text{Fe}^{+++}$  浓度增高，致使  $\text{Fe}^{+++}/\text{Fe}^{++}$  体系的电位增高，被还原的指示剂有被  $\text{Fe}^{+++}$  重新氧化的可能，而使滴定终点延迟出现，故必须在滴定溶

液中加入磷酸。 $H_3PO_4$  与  $Fe^{+++}$  络合成无色络离子，一方面消除了  $Fe^{+++}$  的颜色，另一方面使  $Fe^{+++}/Fe^{++}$  体系的电位大为降低。这既可消除指示剂重新被氧化的危险，也使滴定曲线的突跃电位范围加宽，从而使二苯胺的变色电位进入突跃范围之内。

## 2. 测定步骤

称取通过 0.25 毫米筛孔的风干土壤样 0.1000~0.5000 克<sup>①</sup> 放入 2×20 厘米的硬质试管中，用吸管或滴定管准确加入 0.8N 重铬酸钾溶液 5 毫升，再用皮头吸管沿试管壁加浓硫酸 5 毫升，摇匀，然后将全部试管置于一小铁丝篮内，放入油浴<sup>②</sup> 中。在空白试管内，插温度计一支<sup>③</sup>，当温度升至 155℃ 时，开始计时，保持温度在 155~160℃ 5 分钟，提起铁丝篮，滴干油质，稍冷，用纸擦净试管外壁<sup>④</sup>，然后用蒸馏水将试管内溶液全部洗入 250 毫升的三角瓶中，使总体积约为 100 毫升左右，加入邻啡罗啉指示剂 3 滴。用硫酸低铁

① 有机质含量高于 7% 的土样称 0.1000 克；4~7% 的称 0.2000 克；2~4% 的称 0.3000 克；低于 2% 的称 0.5000 克。

② 油浴可用石蜡、菜油、花生油等，一般认为石蜡较好，因石蜡油烟小，比热高，便于控制温度。也可以用甘油浴或磷酸浴。采用磷酸浴时磷酸应用玻璃容器盛装。

③ 有些资料介绍温度计置于油浴中，170~180℃ 保持 5 分钟。据实验，油浴温度 170~180℃ 时，试管内温度恰好在 155~160℃，但温度计一定要悬挂在油浴中，水银泡不能接触锅底，因锅底金属温度比油温高。

④ 若用硫酸反应热氧化法，则省去油浴加热步骤。加浓硫酸摇匀后，放置半小时，即按后面步骤进行。但计算测定结果时，因其氧化率平均为 77%，故校正系数应为 1.30。硫酸反应热氧化法，对不同土类，其氧化率有差异，故最好分别测定不同土类的氧化率，根据土类不同而乘不同的校正系数。

铵（或硫酸低铁）进行滴定。溶液由黄色经过绿色突变到砖红色时即为终点。由于该指示剂颜色变化明显，滴定时可不用日光灯滴定台。在无邻啡罗啉指示剂时，也可加 85% 磷酸 1 毫升和 0.5% 二苯胺 0.5 毫升（约 10 滴）。用硫酸低铁铵（或硫酸低铁）进行滴定至颜色刚变绿时即为终点（由于颜色变化不太明显，滴定时最好在日光灯滴定台上进行操作，若无该项设备，也必须在明亮处进行滴定）。记录硫酸低铁铵用量，同时进行空白测定。

计算公式如下：

$$\text{有机质}\% = \frac{(V_2 - V_1)N \times 0.003 \times 1.1 \times 1.724 \times 100}{W} \times \frac{100}{100 - H}$$

式中： $V_1$ ——样品消耗的硫酸低铁铵量（毫升）

$V_2$ ——空白消耗的硫酸低铁铵量（毫升）

0.003——消耗 1 毫克当量的重铬酸钾相当于  
0.003 克有机碳

1.1——氧化率校正系数

1.724——有机碳换算成有机质的系数

$W$ ——称样克数

$\frac{100}{100 - H}$ ——由风干土样换算成烘干土样的换算

系数， $H$  为风干土样的水分百分率

### 3. 试剂配制

(1) 浓硫酸：化学纯，比重 1.84。



(2) 0.8N 重铬酸钾溶液：称取化学纯重铬酸钾 40 克，溶于含有 5 毫升浓硫酸的蒸馏水后稀释至 1000 毫升，盛于棕色瓶中备用。

(3) 0.1N 硫酸低铁铵溶液：量取 6N 硫酸 30 毫升和称取化学纯硫酸低铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 40 克，加入蒸馏水使全部溶解，并稀释至 1000 毫升，溶液澄清后，过滤或用虹吸管将清液移入棕色瓶中备用。用标准重铬酸钾溶液标定浓度。标定方法如下：

取 0.1N 标准重铬酸钾溶液 10 毫升于 250 毫升三角瓶中，加蒸馏水约 100 毫升，再加 1:1 硫酸 10 毫升和邻啡罗啉指示剂 3 滴进行滴定，溶液由黄→绿→砖红色时即为终点。若用二苯胺作指示剂则加入 85% 磷酸 1 毫升，0.5% 二苯胺 0.5 毫升（10 滴）在日光灯滴定台上滴定至颜色由蓝变绿时，即为终点。按下式计算其浓度：

$$N_1 = \frac{N_2 \times V_2}{V_1}$$

式中： $N_1$ ——硫酸低铁铵当量浓度

$V_1$ ——硫酸低铁铵用量（毫升）

$N_2$ ——标准重铬酸钾液当量浓度

$V_2$ ——标准重铬酸钾液用量（毫升）

(4) 邻啡罗啉指示剂：称取化学纯硫酸低铁 0.695 克和分析纯邻啡罗啉 1.485 克，共溶于 100 毫升蒸馏水中，此时试剂与硫酸低铁形成络合物即 $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{++}$ 。

(5) 0.5% 二苯胺：称二苯胺 0.5 克，加浓硫酸 100 毫