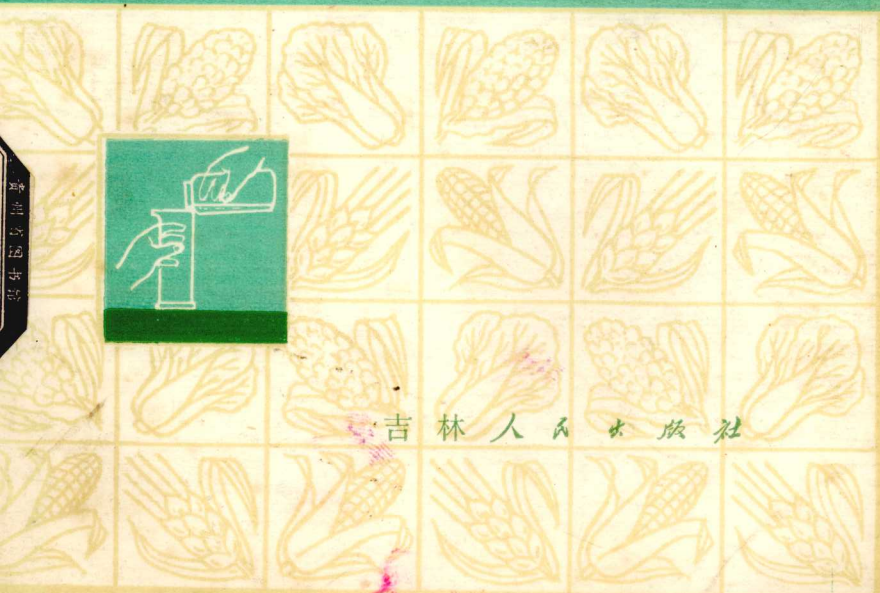




知识青年学习丛书

土肥水的化学测定法



吉林人民出版社

知识青年学习丛书
土肥水的化学测定法

四平师范学院化学系七三年级工农兵学员
怀德县农业科学实验站编
怀德县双龙公社

*

吉林人民出版社出版 吉林省新华书店发行
长春新华印刷厂印刷

*

787×1092毫米32开本 3½印张 插图1 71,000字

1977年8月第1版 1977年8月第1次印刷

书号: 7091·964 定价: 0.24元

毛主席语录

农村是一个广阔的天地，在那里是可以大有作为的。

农业学大寨。

农业是我国社会主义国民经济的基础。

前 言

在毛主席“教育必须为无产阶级政治服务，必须同生产劳动相结合”的方针指引下，我们四平师范学院化学系七三级工农兵学员，走出高楼深院，到工农中去，到农业生产第一线去，实行开门办学。在开门办学中，我们和怀德县双龙公社、怀德县农业科学实验站的贫下中农、农业技术人员同学习、同批判、同劳动。在战斗的日子里，我们共同把当地的土、肥、水进行了化学分析测定。这样作，为农业生产的播种、施肥、改土、灌溉等提供了科学的依据，推动了农业学大寨普及大寨县运动的开展，收到了较好的效果。

为适应农业学大寨普及大寨县运动发展的需要，现将我们在实践中学到的有关土、肥、水的分析测定方法以及测定原理等编成这本小册子，供广大知识青年、贫下中农和农业技术人员在科学种田中学习和参考。

由于我们学习马列主义、毛泽东思想不够，业务能力有限，书中一定会有缺点和错误，希望读者批评、指正。

编 者

一九七五年九月

目 录

第一章	土壤主要养分的测定	1
第一节	土壤养分测定的目的和意义	1
第二节	土壤养分测定的主要内容	2
第三节	土壤养分测定前的准备工作	3
第四节	土壤速测的基本方法	8
第五节	土壤中硝态氮的测定	11
第六节	土壤中铵态氮的测定	15
第七节	土壤中有效磷的测定	6
第八节	土壤中速效钾的测定	18
第九节	土壤中全氮量的测定	22
第十节	土壤全磷量的测定	26
第十一节	土壤酸碱性的测定	28
第十二节	土壤盐分的测定	31
第十三节	土壤含水量的测定	32
第二章	植株的营养诊断	33
第一节	植株的营养诊断	33
第二节	供诊断植株样品的浸提	34
第三节	植株营养诊断的方法	36
第三章	肥料中主要养分的测定	39
第一节	肥料中养分测定的目的和意义	39
第二节	常用化肥的简易鉴别法	39
第三节	农家肥(有机肥)主要成分的测定	44

第四节	腐殖酸类肥料的测定.....	50
第四章	农业用水的分析	57
第一节	农业用水分析的目的意义.....	57
第二节	水样的采集和保存.....	57
第三节	水的 pH 值的测定.....	59
第四节	水中 CO_3^{2-} 与 HCO_3^- 离子的测定.....	60
第五节	水中氯离子 (Cl^-) 的测定.....	62
第六节	水的总硬度的测定.....	64
第七节	水中硫酸盐 (SO_4^{2-}) 的测定.....	66
第八节	水中有害成分的测定.....	68
第五章	常用器皿和试剂	76
第一节	各种器皿介绍.....	76
第二节	试剂溶液的配制.....	82

第一章 土壤主要养分的测定

第一节 土壤养分测定的目的和意义

“万物土中生”。土是作物生长和吸收养分的基础。但是，一般土壤中的有效养分往往不能满足作物需要，不能保证稳产高产，这就需要合理施肥，既满足作物对养分的要求，又使肥料发挥应有的效用。为此，就必须对土壤进行广泛的调查研究，摸清土壤中养分供需的底细，即所谓土壤成分调查。通过这项工作，对土壤中现有养分（主要是氮、磷、钾）含量作出准确的鉴定和估计。大致摸清土壤中养分的基本数量及供应养分的能力。可利用所得结论作为因土施肥、以产定肥、因土种植、因土灌溉、因土耕作，因土改良利用等的参考。在进行土壤成分调查中，首先应该学习和总结广大贫下中农在长期生产斗争中积累的实践经验。其次，就是用化学方法直接测定土壤中养分、水分及盐分的含量。通过土壤中养分、水分及盐分含量的测定，可以了解土壤中主要营养成分的含量，为培养土壤肥力、建立高产稳产田提供科学依据。此项工作还可以在作物生长的各个关键时期进行，测定土壤和植株组织内的氮、磷、钾含量，从而了解作物已吸收了多少养分，土壤中还剩下多少可利用的养分，还需要供给多少养分，什么时候最需要养分等等。在这样调查研究的基础上来制定出施肥计划和指标，及时调剂作物所需要的

各种营养成分，作到既经济又合理地进行施肥，把肥料施到最需要地块上，施在作物需要肥料的关键时刻。

第二节 土壤养分测定的主要内容

植物体主要是由碳(C)、氢(H)、氧(O)、氮(N)、磷(P)、钾(K)、钙(Ca)、镁(Mg)、硫(S)、铜(Cu)、锌(Zn)、锰(Mn)、硼(B)和钼(Mo)等十几种元素组成。在通常条件下，植物利用太阳光能从空气中获得碳，从水中获得氢和氧。而植物所需要的大多数元素，几乎都来源于土壤(植物生长通过根系从土壤中吸收所需要的养分)，其中需要量最多的是氮、磷、钾三种。土壤中这三种元素由于气候、地形、水、肥等条件以及产量水平的变动，常常发生不同程度的盈缺，影响植物生长和产量水平。因此，必须经常测定此三种元素，作为指导生产的参考数据。

土壤中所含的氮、磷、钾通常按它们的形态分为迟效性和速效性两类。凡是能被植物很快吸收的叫速效养分，凡是不能被植物很快吸收的叫迟效养分。速效养分常常由迟效养分转化而来。所以，一种肥沃的土壤应当是既能储存丰富的迟效养分，又能及时供应速效养分。如果土壤中缺乏速效养分，作物生长会马上受到影响。

土壤的肥沃与否，一般要看土壤水、肥、气、热四个条件。其中养分含量多少对植物生长影响很大。不同土壤的肥沃程度不同。土壤里的养分，凭肉眼是看不见的，必须应用化学分析的方法，才能知道土壤里的养分情况。掌握了土壤中的养分情况，就能指导施肥、改土、保证植物茁壮成长。

第三节 土壤养分测定前的准备工作

一、土壤样品的采集

采取土壤样品是土壤分析中的第一步，也是分析结果能否指导生产实践的最重要一环。取样时是以最小的工作量，获得最大的代表性为原则，必须多点取样，充分混合。在试验田和大田中采样可根据地块的大小而异。地块小于10亩的取5点；10~40亩的取5~15点；大于40亩的取15~20点，组成混合土样。

不要在地边、路边、沟边、或堆肥、草塘旁取样。因为这些地方取的样品是缺乏代表性的。

采样的深度以耕作层为准（0~20厘米），上下土层要均匀采取。采样前先将表层2~3毫米左右的表土刮去（这是为了将遗留在表面的植物残体除掉，以免造成误差）。垂直向下挖20厘米，采土片的厚度约1—2厘米。调查土壤盐渍化程度的土样，采样深度应达100厘米，个别调查剖面，可达地下水面。

采样时间，为解决随时出现的问题而进行测定时，应随时取样；为了解土壤中定期养分的变化规律，则需定期采样；为制定施肥方案，必须在作物生育成熟后或收获后，未施肥前采样。

采样方法：

1. 十字取样或对角线取样法：这种取样方法，适用于地势平坦、肥力均匀的整地块，取5—10个点混合（见图1）。
2. 棋盘取样法：这种取样方法适用地势平坦、肥力不均匀的地块。取10—15个混合点（见图2）。

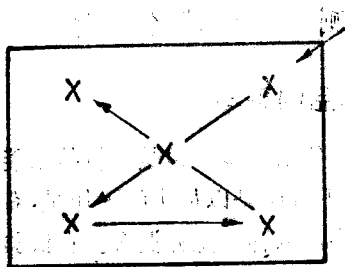


图1 十字取样法

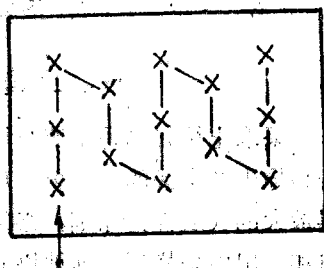


图2 棋盘式取样法

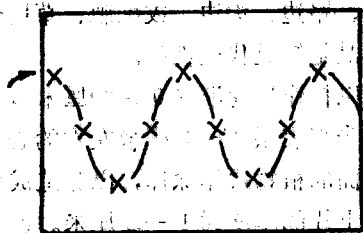


图3 蛇形取样法

3. 蛇形取样法：适用于肥力不均匀的较大地块，混合点数比较多。此法适应性广，效率较高（见图3），其具体的取样方法，旱田和水田略有不同，下面分别说明。

旱田：用小铲在作物的行间挖一小坑，坑的宽度等于行距，深度以耕作层（0—20厘米）为准，剖面做成垂直，自上而下取长、宽约5厘米的土柱用手握碎，将各点的土样混合均匀，按四分法缩减至约半斤，放在干净的塑料袋、纸袋或布袋里。

水田：用一外壁刻有耕层深度记号的圆铁筒或铁筒，插

入土中至刻度处，用手按紧上部管口取出，将土样放在铁盒中，将各点土样充分混合后，用四分法缩减至半斤。盛放在塑料袋中或其它器皿中。

四分法是先将样品平摊成圆形或正方形薄层（图4），划成四份（图5），弃去对角的两份（图6）。把余下的两份重新

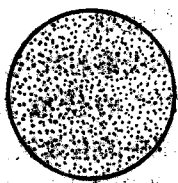


图 4

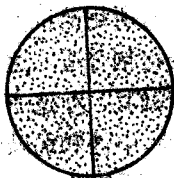


图 5

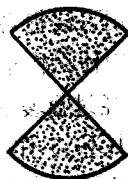


图 6

混合，按上述操作方法再分，直至剩下半斤左右为止。

所取样品应立即编号，注明取样地点、日期、深度、取样人和处理项目。填写二份，一份装在袋内，一份附在袋外。同时在记录本上记录取样地块的前季作物、当季作物的名称、施肥情况、作物生长状态等，准备以后参考。

二、土壤样品的处理

取样后应立即处理，一部分用作制备浸提液，一部分进行含水量的测定。为使土壤样品保存较长时间而不变坏，需进行适当处理。

1. 风干土的制备：将采回的土样全部铺在塑料布或木板上及时捏碎，剔除作物的植株、根茬、落叶、石块、煤渣等，放在阴凉处及无氨气、酸气和其它气体侵入的室内风干。不要在太阳底下晒或在烘干箱内烘干，以防营养元素从土壤矿物质中释放出来（例如钾），影响测定结果。风干后的

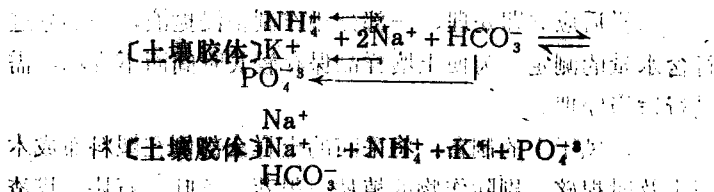
样品要用木棒或瓶子碾碎。供速测的土样要通过 2mm 的筛孔 (10目); 供常规分析的要通过 1mm 的筛孔 (20目), 最后再通过 60 目的筛孔, 保存备用。

2. 浸提液的制备: 不同地块的土壤 pH 值不同, 它所含的各种养分也不相同。当用化学方法测定各种养分时, 必须把它们由土壤中浸提出来, 制成供分析用的溶液——浸提液。用来浸提各种养分时所用的试剂称为浸提剂。

用什么作土壤的浸提剂合适, 这要根据土壤的特点来决定。经过反复实验, 我们认为选用 0.7N* 的碳酸氢钠 (NaHCO_3) 作为弱酸性、中性和弱碱性土壤中的有效氮、磷、钾的通用浸提剂; 对于 pH 值为 4.8—5.0 的酸性土壤用 1N 的食盐 (NaCl) 溶液作为硝态氮、氨态氮和有效钾的通用浸提剂; 对于有效磷用 0.1N 的盐酸 (HCl) 溶液作浸提剂; 测定土壤的酸碱性 (pH 值) 和盐分可用蒸馏水作浸提剂。

(1) 用碳酸氢钠作浸提剂

浸提原理: 选用 0.7N 的碳酸氢钠溶液作弱酸性、中性和弱碱性土壤的通用浸提剂, 不仅能浸提土壤中水溶性养分, 而且还能代换吸附在土壤胶体上的铵离子、钾离子等阳离子及 PO_4^{3-} 阴离子。其浸提反应如下:



土壤胶体是指土壤中直径在 1—100 毫微米*的微小颗粒, 也叫土壤胶体颗粒。通常把土壤胶粒分散于土壤溶液和土壤

* 是溶液浓度的一种表示法, 表示当量浓度, 详见本书第五章。

空气中组成的体系叫土壤胶体。

浸提方法：准确称取风干土样 5 克放入三角瓶中，如图 7。用量筒加入 0.7N 的碳酸氢钠 15 毫升，再加半药匙活性炭（为了脱色，若溶液溶解的有机质颜色太深，可多加些活性炭），塞上塞子。用力上下摇动 200 次左右，使浸提完全，静置 5 分钟过滤如图 8。如果滤液不清，则需重新倒回来再过滤一次。滤液供速测用。

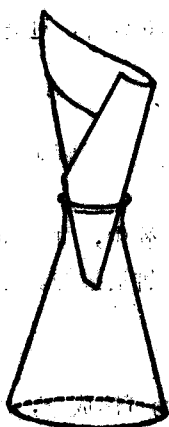


图 7

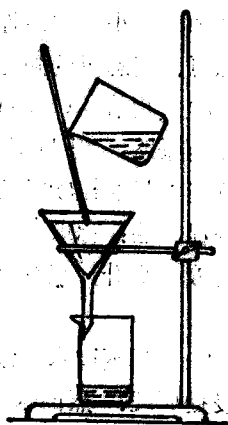
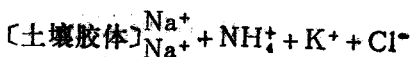
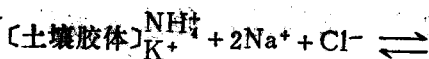


图 8

(2) 用氯化钠(NaCl)作浸提剂

浸提原理：用 1N 的氯化钠(NaCl)作浸提剂，可浸提土壤中水溶性硝态氮，代换吸附在土壤胶体上的铵、钾等阳离子。浸提反应如下：



* 1 毫微米 = 10^{-7} 厘米

磷不能被 NaCl 溶液理想地浸提出来，因为磷在土壤中的存在形式很多。NaCl 溶液浸提出的磷难以代表土壤供磷能力。酸性土壤中水溶性磷含量低，其中一部分可被植物吸收的矿物态磷，只有在强酸中才能分解。

浸提方法：称取5克风干土放入三角瓶中，加入 1N 氯化钠 (NaCl) 溶液25毫升、结晶碳酸钠 ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 约 0.3克 (目的是除去 Fe^{+++} 、 Fe^{++} 、 Al^{+++} 、 Ca^{++} 、 Hg^{++} 等干扰)，再加入 1 小药匙活性炭，振荡 5—10 分钟，过滤。滤液作铵态氮、硝态氮的测定。

(3) 用盐酸(HCl)作浸提剂

浸提原理：用 HCl 溶解不溶性的磷，分解矿物质中可被吸收能力强的植物吸收的有效磷。

浸提方法：称取一克风干土放入试管中，加入 0.1N 的 HCl 溶液 5 毫升，充分摇匀，静置 5 分钟后过滤。滤液供测磷用。

(4) 用蒸馏水作浸提剂

浸提原理：蒸馏水可溶解土壤中的可溶成分，例如盐分、硝态氮、 H^+ 、 OH^- 等。

浸提方法：称取 5 克土样，放入试管中，加入 5 毫升蒸馏水，振荡，澄清 2—3 小时，用上层清液测土壤的 pH 值、盐分和硝态氮。

第四节 土壤速测的基本方法

很多物质是有颜色的，例如碘酒为紫红色，它是碘的酒精溶液。常用的红药水是红色的，它是由一种叫“红汞”的物质溶解在水中而成的水溶液。通常有色溶液颜色的深浅与

溶液中被溶解物质的数量有关系，溶解的越多，溶液的颜色也就越深；反之，溶解的越少，溶液的颜色也就越浅。也就是溶液越浓，它的颜色越深。因此可以通过比较溶液颜色的深浅，来测定溶液中该有色物质的浓度。利用比较颜色深浅来测定物质浓度的方法叫做比色分析法。

在实际测定时，并不是所有被测成分都有颜色，例如土壤中的N、P、K都是无色的。为了用比色分析法测定它们的含量，必须加入某一种适当的物质——称为显色剂，使与被测成分进行反应生成一种带有颜色的化合物，才能进行比色测定。

很多有色物质的颜色很深，当稀释到很低的浓度时，还会有明显的颜色。这就是说，当有色化合物的含量很低时，仍然可以用比色分析法进行测定。因此，比色分析法对于微量成分的测定是十分重要并且是常用的。另外，比色分析法操作快，而且需用的设备简单，所以，被广泛地应用于快速分析。在土壤和肥料等的速测方面，几乎都是应用比色分析法。

比色分析测定的结果准确度稍差些，尤其是被测成分的含量较大时。尽管如此，对田间速测来说，还是可以满足的。

在进行比色测定时，须先配制一系列已知浓度的标准色阶。然后取同体积的待测液，在相同的容器中，用相同的条件，对标准色阶和待测液进行发色反应，使生成有色化合物。经一定时间后，用待测液与标准色阶进行比较。当待测液的颜色和某一标准的颜色一致时，那么待测液的浓度就应与该标准液的浓度相等。

溶液颜色的深浅对比色测定有很大的影响。也就是说，

生成有色化合物时，必须严格控制反应进行的条件。哪些因素能影响有色化合物颜色的深浅呢？主要有下面几个：

一、显色剂的用量

所谓显色剂的用量，就是指待测成分生成有色化合物时，应加入某种试剂的数量。如果待测液中被测定成分的量一定时，那么，显色剂加入多时，生成的有色化合物的颜色就比加入显色剂少时的颜色深。因此多加些显色剂看来是有利的。但有时，加入过多的显色剂时，不但溶液颜色不加深，反而还会变浅，因为这时除了我们需要的反应外，同时又发生了别的反应。所以，在测定时，标准色阶和待测液应加入相同数量的显色剂。

二、放置的时间

显色剂加入后，它和待测成分之间发生的显色反应，有的很快，加入试剂后，立即出现颜色；有的反应较慢，加入显色剂后并不立即出现颜色，而是慢慢的生成，并且随着时间的延长，它的颜色加深；有的反应显色虽然很快，试剂加入后立即显色，但是颜色不稳定，经过一段时间后，颜色将变化，甚至消失。因此，在进行比色测定时，标准色阶与待测液应同时进行显色，绝不能先处理标准色阶，再处理待测液，或者先处理待测液，再处理标准色阶，这样才能保证测定结果的可靠性。

三、溶液的酸碱性

有色化合物的生成要在适当的酸碱性条件下才能进行。若酸碱性控制不当，往往不能生成有色化合物或生成的不完

全，这样必然要影响有色化合物的深浅，最后，造成测定结果的不可靠，或造成错误的结论。

四、其它成分的存在也会影响颜色的深浅

这些成分称为“干扰成分”。干扰成分的存在，一方面能与显色剂反应，生成有色化合物，或使颜色加深，或改变了颜色的性质；另一方面，它虽然不和显色剂反应生成有色化合物，但却消耗了一定数量的显色剂，等于减少了显色剂的实际用量，造成有色化合物颜色深度的降低。因此，干扰成分的存在，不是造成测定结果偏高，就是造成结果偏低。例如，当用奈氏试剂测定铵态氮时，三价铁的存在，会生成红棕色的 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ，使铵态氮生成的有色化合物颜色加深。所以，在进行测定时，应设法排除其它成分的干扰作用。排除干扰成分最方便的办法就是在加显色剂之前，先加入另一种试剂，让与干扰成分反应生成一种稳定的无色化合物，当加入显色剂后它就不和显色剂反应了。这样排除其它成分干扰作用的办法称为“掩蔽”。在上述测铵态氮时，可以加入一些酒石酸钾钠，使三价铁生成无色化合物，因而排除了它的干扰。

第五节 土壤中硝态氮的测定

硝态氮 (NO_3-N) 是旱田里最主要的速效氮。它是由腐殖质经微生物分解，或由铵态氮 (NH_4^+-N) 氧化后变成的。这种氮，植物最容易吸收。如果土壤中缺乏硝态氮，植物表现发黄，生长不良。

下面我们介绍测定土壤硝态氮的硝酸试粉法。