

全国高等农业院校试用教材

农业化学实验

浙江农业大学 主编

31
79

上海科学技术出版社

NONGYIEYUANXIAOSHIYONGJIAOCAI

全国高等农业院校试用教材

农业化学实验

(农学类专业适用)

浙江农业大学 主编

上海科学技术出版社

全国高等农业院校试用教材

农业化学实验

(农学类专业适用)

浙江农业大学 主编

上海科学技术出版社出版

(上海瑞金二路450号)

新华书店上海发行所发行 上海市印刷四厂印刷

开本 787×1092 1/32 印张 5 字数 107,000

1980年5月第1版 1980年5月第1次印刷

印数: 1—18,000

书号: 16119·675 定价:(科四) 0.49 元

前 言

《农业化学实验》是由浙江农业大学、沈阳农学院、南京农学院、安徽农学院和西北农学院五校集体编写。内容共分五个部分：1. 土壤速效养分的测定；2. 肥料品质检定；3. 作物营养诊断；4. 农产品品质的化学检定；5. 肥料盆钵试验与田间试验。第一部分由南京农学院秦怀英编写；第二部分由安徽农学院竺伟民编写，其中碳化氨水的快速测定和固氮菌剂质量的简易速测由浙江农业大学马国瑞编写，由于这两部分内容重复较多，再由秦怀英作了修订；第三部分由浙江农业大学林荣新编写；第四部分由马国瑞编写；第五部分分别由沈阳农学院刘永菁和西北农学院李生秀编写。完成初稿后，再根据教材编审会各单位提出的意见进行修改。第一到第四部分由浙江农业大学杨玉爱修改，并编写了附录和主要参考资料；第五部分由沈阳农学院王方维修改补充，最后由孙羲作总的修改定稿。

本书在编写过程中，北京农业大学李酉开、南京农学院史瑞和、浙江农业大学何增耀等同志曾提出很多宝贵意见。在教材编审会上，中国科学院南京土壤研究所鲁如坤同志和全国三十二所农业院校农业化学教师提出了不少修改意见，特致以衷心的感谢。

本教材是在浙江农业大学和有关农业院校党组织的领导和关心下编写的。工作中给予很多方便，对编写此书帮助很大。

由于各地气候、作物、土壤、肥料的不同，加之各专业需要也有差别，因此多编写了几个试验，供各校按专业需要选用。由于编者学识有限，内容可能有错误和不妥之处，希望采用这本教材的师生多提意见，以便再版时修订。

主 编 孙羲(浙江农业大学)

副主编 王方维(沈阳农学院)

1979年9月

目 录

第一部分 土壤速效养分的测定

实验一 土壤样品的采集和制备	1
(一)土壤样品的采集	1
(二)土壤样品的制备	4
实验二 土壤有效性氮的测定	
——水解性氮(扩散法)	5
实验三 土壤速效磷的测定	9
(一)碳酸氢钠法	9
(二)盐酸-氟化铵法	13
实验四 土壤速效性钾的测定	16
(一)醋酸铵-火焰光度计法	17
附: 火焰光度计的原理及使用	19
(二)四苯硼钠比浊法	23

第二部分 肥料品质检定

实验五 矿质肥料的定性鉴定	26
实验六 碳化氨水的快速测定	32
实验七 过磷酸钙中游离酸和有效磷的测定	33
(一)游离酸总量的测定	33
(二)有效磷的测定	35
实验八 草木灰中全钾量的测定	
——四苯硼钠重量法	38
实验九 厩肥中全氮的测定	41

实验十 腐殖酸原料品质的测定	44
实验十一 固氮菌剂质量的简易测定	47

第三部分 作物营养诊断

实验十二 作物缺素症的外形诊断	50
实验十三 植株化学诊断样品的采集和处理	50
实验十四 水稻穗肥诊断	56
(一) 水稻叶片天门冬酰胺的测定(纸上层析法)	56
(二) 叶鞘中淀粉含量的检定(碘试法)	59
实验十五 旱作物组织中硝态氮的测定	
——硝酸试粉比色法	61
实验十六 作物组织中磷的测定	
——钼蓝比色法	63
实验十七 作物组织中钾的测定	65
(一) 水稻植株缺钾的营养诊断(六硝基二苯胺试纸法)	65
(二) 棉花缺钾营养诊断(光电比浊法)	69
实验十八 水稻根系活力诊断	72
(一) 水稻根系伤流液的测定(重量法)	72
(二) 水稻根系氧化力的测定(α -萘胺法)	73
实验十九 作物根系脱氢酶活性诊断 (TTC 法)	76
实验二十 水稻硫化物中毒诊断	78
实验二十一 水稻亚铁中毒诊断	
——邻啡罗林法	80
实验二十二 油菜缺硼诊断	82
实验二十三 果树缺铁诊断	85
(一) 植株缺铁诊断	85
(二) 土壤有效铁的测定	87

第四部分 农产品品质的化学检定

实验二十四	粗蛋白质的测定	89
实验二十五	植物组织中可溶性糖的测定	
	——蒽酮比色法	92
实验二十六	糖用作物中蔗糖的快速测定	
	——手持折光仪测定法	95
实验二十七	禾谷类作物种子中淀粉的测定	97
	(一)酸水解法	97
	(二)旋光法	103
实验二十八	油料作物种子中粗脂肪的测定	
	——脱脂残余法	106
实验二十九	维生素丙的测定	109

第五部分 肥料盆钵试验与田间试验

实验三十	土培试验	114
实验三十一	水培试验	118
实验三十二	砂培试验	122
实验三十三	肥料田间试验	124
	(一)试验方案的设计原则	124
	(二)不同类型的试验设计	125
	(三)试验布置、管理与收获	131
	(四)试验资料整理	135
	附: 正交表	142
附录		145
	(一)常用元素的原子量表	145
	(二)常用浓酸、浓碱试剂的浓度及比重表	146
	(三)化学试剂的分级规格与选择	147

(四)常用的度量单位及符号	147
(五)根据灼烧物体的颜色估计温度	148
主要参考资料	149

第一部分 土壤速效养分的测定

实验一 土壤样品的采集和制备

(一) 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可靠的重要环节。由于各类土壤的理化性质、养分含量差异很大，特别是耕地土壤由于人为耕作和施肥的影响，差异更为显著。要使分析结果如实反映客观实际和生产情况，所采集的土壤样品要求应有充分的代表性、典型性、统一性和均匀性。因此，正确地采集土壤样品是土壤分析前最基本的工作。

根据研究目的的不同，样品采集的方法各有差异，例如，为了解土壤的某些物理性质，要求保持土壤的原有自然状态；为了解土壤中理化性质和养分转移规律，就要保持土壤各个发育层次的特征，按不同层次分别取样；而要了解土壤的一般肥力状况，则只需采取耕作层土壤混合样品。下面分别介绍土壤混合样品和为诊断作物营养所需土壤样品的采集。

1. 大田土壤混合样品的采集

为了解某一地区主要土壤类型的肥力水平，在采样之前，首先要了解工作范围内有几种主要土壤类型及代表多少耕地面积；其次，在每个类型土壤上，根据群众反映，记载耕作措施，施肥情况和作物产量，划分上、中、下肥力等级，再选择有代表性的几个田块，多点采得同土层的土壤混合样品。

2. 为诊断作物营养所需土壤样品的采集

在诊断工作中,为了研究影响作物生长失常的有关土壤方面的原因,对土壤直接进行测定是一个常用的手段。对土壤代表性的要求应着重根据作物生长状况,分别类型,个别采样,单独测定,以便保持其各自的典型性。采样前,先全面观察田间作物生长发育情况,按其形态症状和表现特征,结合土壤类型和耕作施肥等因素,划分若干类型。这些划分可以株丛为单位,也可以田块为单位,然后在每一类型中选出具有代表性的典型植株,在其根际用小土铲或其他适当工具采取根域土壤样品。同一类型植株根域的土壤混合在一起作为一个土壤样品,不同类型植株根域土样,必须分别记载,单独测定。在采集这种土壤样品时,应注意:第一,在采集这类土样的同时,须注意观察记载典型植株的生育形态特征(包括根系状况),同时采集所选典型植株的植物样品,以便结合植株组织速测,更好地进行诊断;第二,在采取病株土壤样品的同时,应就近采取正常植株根域土样和植物样品,以便通过对比测定,为正确诊断提供依据。

3. 采集土壤混合样品的要求

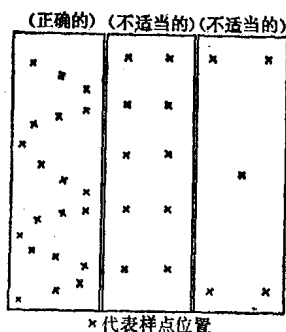


图1 土壤采样点的方式

(1) 每个样点采取的土壤厚,深浅,宽狭应大体一致。

(2) 各样点都是随机取样,先调查了解田间情况后,从田块的一端按S形每隔一定距离随机取样(如图1)。

(3) 采样的地点应避免在田边、路边、沟边和特殊的地形部位以及堆过肥料的地方。

(4) 要有足够数量样点的样品,组成一个土壤混合样品,以提高样品的代表性。根据试验区的面积和实际可能,一般采集10~30个样点组成一个土壤混合样品。

(5) 一个土壤混合样品是由均匀一致的许多样点组成的,各样点的差异不能太大,如果土壤差异太大,应分别采集几个土壤混合样品。

(6) 一个土壤混合样品的重量,一般不超过1公斤。如果重量超过太多,可以在田间把几个样点所采集的土壤混合,放在一个小盘子里或塑料布上用手将土捏碎,充分混匀后摊平,用四分法对角取两份土样,混合均匀后放入布袋或塑料袋里,附上标签,用蜡笔或变色铅笔注明采样的地点、采土深度、采样日期、采集人。标签一式两份,一份放在袋里,一份系在袋上。

4. 土壤样品采集方法

土壤的化学性质不仅随着垂直面和地表面而不同,而且随着时间的不同而在变化着。因此,研究作物生长期间养分的供应情况,必须强调时间因素,根据作物的不同生育期分期采取土壤样品。分析土壤基本特性,诊断肥力状况时,一般在早春采集土壤样品进行测定。只有采样时间的一致性,分析结果才能有正确的相互比较。

土壤样品采集方法由于采样工具的不同,大体可以分为以下三种:

(1) 土铲采样 在确定的采样点上,根据采土的要求深度(一般0~15厘米),用土铲斜面向下切取均匀的一薄片土壤样品。这种小土铲在多种情况下都适用(水田取土除外)。

(2) 管形土钻采样 将土钻垂直旋转进入土中,当达到要求的土层深度时,采集一个均匀的土柱。这种取土很少混

杂,操作方便,适合于多点土壤混合样品的采集。

(3) 麻花式土钻采样 将土钻垂直旋转进入土中,达到要求的一定土壤深处,用力拔出土钻,在土钻螺旋头上取下土样。此法取土,土样容易混杂,也不适用于砂性土壤采集。

(二) 土壤样品的制备

1. 土壤样品的风干处理

从田间采集回来的土壤样品,经登记编号后,放在搪瓷盘、木板或牛皮纸上,将大土块捏碎,摊成厚约2厘米的薄层,置于室内通风处阴干。在风干过程中要严防氨气、氯气、二氧化硫气体以及各种酸、碱和蒸气的侵入。

对于土壤中硝态氮、铵态氮和亚铁项目的分析,必须用刚采的新鲜土样,因为这些成分在放置和风干过程中会显著改变。但用新鲜样品分析时,必须同时测定水分,以便换算分析结果。

2. 磨细和过筛

将风干大约3~5天的风干土壤样品,仔细挑去大石块、根茎及各种新生体和侵入体,然后放在硬木板上用圆硬木棍压碎,通过孔径为1毫米的筛子过筛,未筛过的土壤必须重新研磨过筛,反复至全部土样筛过为止。但岩石和砾石切勿研碎,把它筛出称重,计算占全部风干样品重量的百分率,以便换算机械分析结果之用。

上述通过1毫米筛孔的土壤样品,经充分混匀后,即可供一般项目的分析之用。

如测定全氮、全磷、全钾及土壤有机质,则土壤样品需另行磨细。进一步处理的方法是:将通过1毫米筛孔的土壤样品混匀摊成薄层,划成许多小方格后,用牛角匙多点取出样品

约 20 克,在玛瑙乳钵中小心研磨,使之全部通过 0.25 毫米筛孔。

磨细和过筛后的土壤样品必须保存在有磨口塞的广口瓶中,瓶上贴有标签,标明土壤样品号码,土类名称,采集地点,取土深度,采集日期,采集人,筛子孔径号等项目。一般样品在分析结束后可放入纸袋或塑料袋内保存,而标准土壤样品和对照样品必须保存在密闭的容器中。

实验二 土壤有效性氮的测定 ——水解性氮(扩散法)

1. 测定意义

氮素是作物的主要营养元素。氮在土壤中主要以有机态存在,矿物态氮含量很少(约占全氮量的 1%)。土壤有机态氮中比较易于被分解部分,或可矿化的有机态氮,常被看作是作物的有效态氮,包括铵态氮、硝态氮、氨基酸、酰胺和易水解的蛋白质氮,称为水解性氮。实践证明,其测定结果与作物氮素吸收有较好的相关性。观测土壤中水解性氮的变化情况,对于了解土壤肥力,指导施肥,有一定意义。

2. 方法原理

在密封的扩散皿中,用氢氧化钠溶液水解土壤样品,在恒温条件下,使有效态氮碱解转化为氨气状态,并不断地扩散逸出,由硼酸吸收,再用标准酸滴定,计算出水解性氮含量。如土壤中硝态氮含量较高,需加硫酸亚铁还原成铵态氮后再测定之(旱地土壤硝态氮含量较高,而水稻土壤硝态氮含量极微,可省去加硫酸亚铁,直接用 1.2N 氢氧化钠水解)。

3. 试剂配制

(1) 1.8N 氢氧化钠溶液 称取化学纯氢氧化钠 72 克, 用蒸馏水溶解后冷却定容至 1 升(适用于旱地土壤)。

(2) 1.2N 氢氧化钠溶液 称取化学纯氢氧化钠 48 克, 用蒸馏水溶解冷却后定容至 1 升。

(3) 定氮混合指示剂 分别称取 0.1 克甲基红和 0.5 克溴甲酚绿指示剂, 放入玛瑙研钵中, 并用 100 毫升 95% 酒精研磨溶解。此液应用稀盐酸或稀氢氧化钠调节 pH 至 4.5。

(4) 2% 硼酸-定氮混合指示剂溶液 称取分析纯硼酸 20 克用热蒸馏水(约 60°C)溶解, 冷却后稀释至 900 毫升, 加定氮混合指示剂 10 毫升, 最后用稀盐酸或稀氢氧化钠调节 pH 至 4.5 (定氮混合指示剂显淡红色), 再用蒸馏水定容至 1 升。

(5) 0.1N 盐酸溶液 用装有洗耳球的 10 毫升刻度吸管吸取盐酸(比重 1.19) 8.3 毫升, 注入盛有 150~200 毫升蒸馏水的烧杯中, 搅匀冷却, 然后洗入 1000 毫升容量瓶中, 定容至刻度, 摇匀。

(6) 0.01N 盐酸标准溶液 用 10 毫升刻度吸管吸取 10 毫升 0.1N 盐酸溶液, 注入 1000 毫升容量瓶中, 然后用蒸馏水定容至刻度, 并用分析纯硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)标定之。

(7) 特制胶水 阿拉伯胶(称取 10 克粉状阿拉伯胶, 溶于 15 毫升蒸馏水中)10 份, 甘油 10 份, 饱和碳酸钾 5 份, 混合即成(最好放置在盛有浓硫酸的干燥器中以除去氨)。

(8) 硫酸亚铁(粉状) 将分析纯硫酸亚铁磨细, 保存于阴凉干燥处。

4. 仪器设备

康惠扩散皿: 康惠扩散皿是特制的玻质器皿, 外室高于内

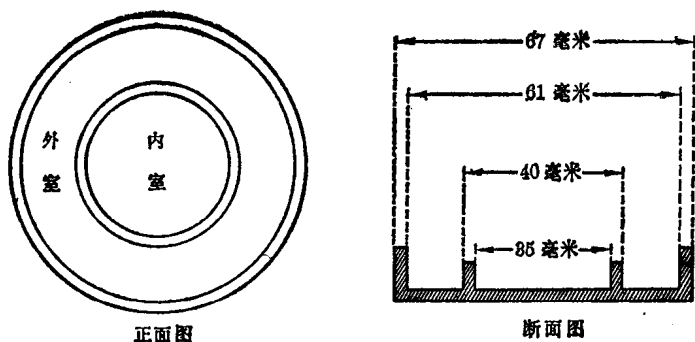


图2 康惠扩散皿构造示意图

室，一般外室内径为 61 毫米，内室内径 35 毫米，外圈是磨口的，可用特制胶水与盖玻片粘合密封，构成与外部空气相隔绝的气室，以使外室反应产生的氨气经扩散，被内室硼酸吸收。

半微量酸式滴定管 (5 毫升)；千分之一分析天平；恒温箱；一般玻璃器皿。

5. 操作步骤

称取通过 1 毫米孔筛的风干土壤样品 2 克 (精确到 0.01 克)，和 1 克硫酸亚铁粉剂，均匀铺在扩散皿外室，轻轻水平旋转扩散皿，使样品均匀铺平。然后在扩散皿内室中加入 2 毫升 2% 硼酸-定氮混合指示剂溶液，在扩散皿外室边缘涂上特制胶水，盖上盖玻片，并旋转几次，使盖玻片与皿边完全粘合密闭，再慢慢转开盖玻片的一边，使扩散皿露出一条狭缝，迅速加入 10 毫升 1.8N 氢氧化钠溶液于扩散皿的外室中，立即用盖玻片盖严。水平旋转扩散皿，使溶液与土壤样品充分混匀，随后放入 40°C 的恒温箱中保温 24 小时，取出后，再以 0.01N 盐酸标准溶液用半微量滴定管滴定内室硼酸所吸收的氨量 (由蓝色滴到微红色)。

6. 结果计算

$$\text{水解性氮(毫克/100克土)} = \frac{N \times V \times 14}{W} \times 100$$

式中 N ——标准盐酸的当量浓度;

V ——滴定土壤样品时用去盐酸毫升数;

W ——土壤样品重;

14——1 毫克当量氮的毫克数;

100——换算成每百克土壤样品中氮的毫克数。

7. 注意事项

(1) 为加速氮的扩散吸收,可提高温度,但最高不得超过 45°C。

(2) 滴定时应用玻棒小心搅动内室溶液(切不可摇动扩散皿),同时逐滴加入盐酸标准溶液,接近终点时,用玻棒在滴定管尖端沾取标准酸液后再搅拌内室,以防滴过终点。

(3) 特制胶水由于用强碱制成,绝不能沾污内室溶液,否则结果偏高。

(4) 在扩散过程中,扩散皿必须盖严不使漏气。

(5) 0.01 N 盐酸的标定,用分析天平取分析纯硼砂 0.4767 克于 100 毫升烧杯中,用少量蒸馏水溶解后小心转移入 100 毫升的容量瓶中,再用蒸馏水洗涤烧杯几次,同时转入 100 毫升的容量瓶中,然后加蒸馏水至刻度,摇匀。吸取上述溶液 10 毫升于 100 毫升的三角瓶中,滴加定氮混合指示剂 1 滴,再加 25 毫升蒸馏水后,摇匀,并用待标定的盐酸滴定至微红色为终点,计算求得盐酸的准确浓度。

$$N = \frac{G \times 0.1}{0.1907 \times V}$$

式中 N ——标定盐酸的准确浓度;

G ——硼砂的重量(克);