

青海省农林科学院综合分析室编



实用土壤农化分析法

青海人民出版社

实用土壤农化分析法

青海省农林科学院

综合分析室编

青海人民出版社

实用土壤农化分析法

青海省农林科学院
综合分析室 编

青海人民出版社出版
(西宁市西关大街36号)

青海省新华书店发行 青海新华印刷厂印刷

开本：787×1092毫米 1/32 印张：5.37 字数：120,000
1984年12月第1版 1984年12月第1次印刷

印数：1—2,500

统一书号：13097·57 定价：0.57元

前 言

为了配合全国第二次土壤普查、农业自然资源调查和农牧业区划工作的需要，青海省农林科学院综合分析室组织部分长期从事土壤农化分析工作的同志编写了这本《实用土壤农化分析法》。

本书在照顾全国不同性质土壤的情况下，侧重介绍了北方石灰性土壤的实用分析方法。其内容除介绍目前国内通用的或统一的分析方法及原理外，还详细地叙述了试剂配制和测定步骤。在每一方法的“注意事项”内，补充了编写者的实践经验和体会。此外，本书还增列了植物分析，介绍了农产品主要项目的测试方法。所以它是一部简明的农化分析工具书，适合于从事农业土壤、肥料及农产品分析工作的同志进行分析测试之用。

参加本书编写的有李莹、侯玉兰、刘华玉、赵淑琴等同志，陈德清同志进行了校阅。编写过程中，得到有关领导和同志的帮助，在此表示感谢。由于编写者水平有限，所介绍的分析方法未尽妥善，书中错误和不妥之处，敬请读者不吝指教，以便补充订正。

编 者

一九八三年九月

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(烘干法)..... (2)
- 三、土壤有机质的测定(重铬酸钾氧化法)..... (3)
- 四、土壤氮的测定..... (8)
 - (一)土壤全氮的测定..... (8)
 - 开氏法..... (9)
 - 重铬酸钾法(改进后的开氏法)..... (13)
 - (二)土壤水解氮的测定..... (14)
 - 碱解蒸馏法..... (15)
 - 扩散吸收法..... (17)
 - (三)土壤铵态氮的测定..... (18)
 - 纳氏试剂比色法..... (18)
 - 蒸馏法..... (20)
 - (四)土壤硝态氮的测定..... (21)
 - 硝酸试粉法..... (21)
 - (五)土壤中铵态氮、硝态氮总和的测定..... (22)
- 五、土壤磷的测定..... (23)
 - (一)土壤全磷的测定..... (24)
 - 硫酸—高氯酸—钼抗比色法..... (24)
 - 硫酸—高氯酸—钼锑抗比色法..... (27)

(二) 土壤速效磷的测定	30
碳酸氢钠浸提—钼锑抗比色法	31
碳酸氢钠浸提—氯化亚锡还原比色法	34
六、土壤钾的测定	36
(一) 土壤全钾的测定	37
氢氟酸—高氯酸消化法	37
碳酸钙—氯化铵焙熔法	38
氢氧化钠碱熔法	40
四苯硼钠重量法	42
四苯硼钠容量法	45
火焰光度法	48
(二) 土壤速效钾的测定	53
四苯硼钠比浊法	53
火焰光度法	56
(三) 土壤缓效性钾的测定(硝酸提取— 火焰光度法)	58
七、土壤可溶性盐分的测定	60
(一) 土壤全盐量的测定(重量法)	61
(二) 土壤中阴离子的测定	63
CO_3^{2-} 和 HCO_3^- 的测定(双指示剂法)	63
Cl^- 的测定(AgNO_3 滴定法)	65
SO_4^{2-} 的测定(EDTA容量法)	67
(三) 土壤中阳离子的测定	70
Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的测定(EDTA容量法)	70
差减法计算出 K^+ 和 Na^+	73
(四) 土壤水浸出液分析结果的检查	74
八、土壤中阳离子代换量的测定	74

查哈尔楚克法.....	(75)
EDTA—铵盐快速法.....	(77)
九、土壤酸碱度 (pH) 的测定.....	(81)
(一) 混合指示剂比色法.....	(82)
(二) 电位测定法.....	(83)
十、土壤中碳酸钙的测定 (气量法).....	(86)

肥 料 分 析

一、肥料样品的采集与制备.....	(90)
二、肥料中水分的测定.....	(91)
三、氮肥的测定.....	(92)
(一) 有机肥料全氮的测定.....	(92)
(二) 有机肥料速效氮的测定.....	(93)
锌粉—硫酸亚铁还原蒸馏法.....	(94)
(三) 铵态氮肥料含氮量的测定.....	(94)
蒸馏法.....	(95)
甲醛法.....	(96)
固体硼酸吸收法.....	(98)
(四) 硝态氮肥料含氮量的测定.....	(100)
还原蒸馏法.....	(100)
(五) 尿素含氮量的测定.....	(102)
硫酸水解蒸馏法.....	(102)
四、磷肥的测定.....	(103)
(一) 有机肥料全磷的测定.....	(103)
(二) 矿质磷肥全磷的测定.....	(103)
钒钼黄比色法.....	(104)
(三) 矿质磷肥有效磷的测定.....	(106)

过磷酸钙肥料中有效磷的测定	(106)
热法磷肥有效磷的测定 (柠檬酸浸提法)	(108)
沉淀磷酸钙有效磷的测定	
(中性柠檬酸铵浸提法)	(108)
五、钾肥的测定	(110)
(一) 有机肥料 (厩肥、堆肥等) 全钾的测定	(110)
(二) 有机肥料 (厩肥、堆肥等)	
速效性钾的测定	(111)
(三) 草木灰全钾的测定	(111)
火焰光度法	(111)
四苯硼钠容量法	(112)
(四) 化学钾肥含钾量的测定	(112)
火焰光度法	(113)
六、腐殖酸类肥料的测定	(114)
(一) 腐殖酸总量的测定 (焦磷酸钠	
碱液浸提法)	(114)
(二) 游离腐殖酸的测定	(116)

植 物 分 析

一、植物样品的采集与制备	(118)
二、植物水分的测定	(120)
三、植物粗灰分的测定	(120)
四、植物全氮的测定	(122)
五、植物全磷的测定	(122)
六、植物全钾的测定 (火焰光度法)	(123)
三酸消化法制备待测液	(123)
水提取法制备待测液	(125)

0.5N盐酸浸泡法制备待测液.....	(125)
作物籽粒中钾的测定.....	(126)
七、植物钙、镁的测定(EDTA容量法).....	(126)
八、植物有机碳的测定(重铬酸钾氧化法).....	(128)
九、植物粗蛋白质的测定(国家标准法).....	(129)
十、植物粗脂肪的测定(国家标准法).....	(132)
油重法.....	(132)
残渣法.....	(134)
十一、植物粗淀粉的测定(酸水解法).....	(135)
十二、植物粗纤维的测定.....	(139)
十三、植物木质素的测定.....	(141)
十四、植物中糖分的测定.....	(143)
十五、苹果酸的测定.....	(149)
十六、维生素C的测定.....	(151)
十七、油菜籽中芥酸的测定.....	(154)
附录 常用元素的国际原子量表.....	(158)

土壤分析

一、土壤样品的采集和制备

土壤样品的采集是土壤分析工作的重要环节。它关系到分析结果和由此得出的结论正确性。因此，根据不同的分析测定目的，必须采集具有代表性的土壤样品。

如作土壤基本理化性质的分析，就要按土壤发生层次取样。先挖好土壤剖面坑，根据土壤剖面的颜色、结构、质地、松紧度、湿度、植物根系分布等特性，自上而下划分土层，并进行观察记载，作为分析结果审查时的参考。然后自下而上逐层在每层中部位位置采集分析样品，每层取土1公斤左右，装入布袋，或牛皮纸袋，或塑料袋内。

作土壤物理性质测定的土壤样品，需采原状样品，宜用环刀在各层中部取样。注意保持土块不受挤压，不使样品变形。

测定土壤盐分的分布和变动时，不需按土壤发生层次采样，而是从地表向下每10厘米或20厘米分别采集土样。

若是研究作物生长期內土壤养分供求情况，只需取耕作层土壤20厘米左右的样品。对作物根系较深的（如小麦）耕地，可适当增加采梯深度。由于耕地土壤在人们生产活动（如耕作、施肥、灌溉等）中形成的局部差异，要采集具有代表性的土壤样品，一般按S形路线多点取样，将各点相同

深度的土样混合构成混合样品。取样点的多少，视土壤差异和面积大小而定，通常为5~20点。

土样装袋后，必须在袋内外附上标签，用铅笔写明土样（剖面）编号、采集地点、采样深度、采集日期和采集人。

若采取的土样数量太多，要用四分法将多余的土样弃去。具体作法是：在塑料布上将土样弄碎混合并铺成四方形，划对角线分成四份，弃去对角的两份，留下的两份再并为一份。一般1公斤左右的土壤样品即够供化学、物理分析之用。

从野外取回的土样，经登记编号后，应分别弄碎平铺在干净的纸上，摊成薄层放在室内阴凉通风处风干，切忌阳光直接照晒，并防止酸蒸汽、氨气和灰尘的污染。注意经常翻动，挑出动植物残体、石粒、砖块等非土样杂物。风干后的土样再进行磨细过筛处理。

制备化学分析的土壤样品，是取风干样品一份，用圆木棍将土样碾碎，使其全部通过18号筛（孔径1毫米），供速效养分、交换性能、pH等项目的测定。分析有机质、全氮等项目时，是取一部分已通过18号筛的土样，进一步研磨，使其全部通过60号筛（孔径0.25毫米）。用碱熔法测定全磷、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（孔径0.149毫米）。

研磨过筛后的样品混匀后，分别装瓶或装袋备用。样品瓶或袋均须贴上标签，写明号码、供测试的项目等。放置样品的柜架，尽量避免日光、高温、潮湿和酸碱气体等的影响。

二、土壤水分的测定（烘干法）

测定土壤水分含量有两个目的：一是为了了解田间土壤

的实际含水情况，以便及时采取适当的耕作措施；或者联系作物长势和耕作措施的关系，总结丰产的水肥条件；或者联系苗情症状，为诊断提供依据。二是用风干土样测定其水分含量，为各项分析结果提供计算的基础数据。因风干土样中水分不是土壤的固定成分，且受大气相对湿度的影响，在计算土壤各种成分时不应包括水分。因此，一般不用风干土，而用烘干土作计算的基础。如果分析时各项目都用风干土，计算时就必须根据水分含量换算成烘干土。

方法原理 土样在105~110℃条件（烘箱）下，土壤吸着水被蒸发失去，而结构水不致被破坏，土壤有机质也不致分解。当烘至恒重，土样失去的重量即为水分重量，由此可计算土壤水分的百分含量。

测定步骤 取风干土5克左右，放入已知重量的铝盒（W）中，在分析天平上称重（W₁），去盖放在烘箱中（105~110℃）烘8小时。取出，加盖后放在干燥器中冷却至室温（约半小时），取出称重（W₂），再放入烘箱中（105℃）烘3~5小时，冷却后称重，两次重量之差不超过3毫克即可认为恒重。

结果计算

$$\text{土壤含水量}\% = \frac{W_1 - W_2}{W_2 - W} \times 100\%$$

风干土之重换算成烘干土之重为：

$$\text{烘干土重} = \frac{\text{风干土重}}{1 + \text{土壤含水量}\%}$$

三、土壤有机质的测定（重铬酸钾氧化法）

土壤有机质直接影响着土壤的理化性质，因为它既是植

物矿质营养和有机营养的源泉，又是土壤异养型微生物的能源物质，同时也是形成土壤结构的重要因素。所以，有机质含量的多少是土壤肥力高低的重要指标之一。

土壤有机质按其分解程度不同可分为三类：即粗有机质——分解很少，仍保持原形态特征的植物残体；半分解有机质——正在分解中的植物残体（如纤维素等）以及微生物生命活动的各种产物；腐殖质——原来有机质的性质已有很大改变，复合成为特殊性质的有机物质。在一般情况下，若只欲了解土壤肥力状况，可不必测定腐殖质，而只测定有机质总量，计算碳、氮比值。一般土壤中的碳、氮比值在9~13之间。其比值的高低，表明有机质在矿化过程中所释放出有效氮量的多少，碳、氮比值越小，有机质释放出的有效氮就越多，碳、氮比值越大，有机质所释放出的有效氮就越少。随着第一、二类有机质向第三类转化，它们所含的碳、氮比值（C/N）逐渐缩小。含氮较低的有机质，即C/N比值大于40:1的有机质，虽然能供应土壤微生物活动所需的能，对于休闲地尚有一定的好处，但对于当季作物则无多大肥效，因为其中的氮仅能供应微生物的消耗。

在测定土壤腐殖质时，必须挑尽样品中肉眼能看见的植物根系。其方法可用有机玻璃棒与毛皮摩擦生成的静电吸取，也可用镊子慢慢挑除。

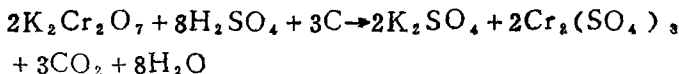
测定土壤有机质，一般都是先测定出有机碳的含量，再按有机质的含碳量为58%左右来计算有机质的含量。

间接测定土壤有机质的方法，最早用干烧法，因为此法需要特殊的设备，操作技术要求比较严格，操作费时，再现性也差，所以一般不用。目前常用重铬酸钾法，即丘林法，此法操作简便迅速，设备简单，再现性较好，适用于大批样

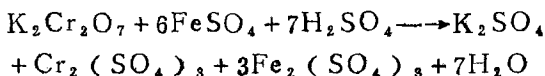
品分析。

重铬酸钾氧化法

方法原理 在加热恒温条件下，用一定量的标准重铬酸钾—硫酸溶液氧化土壤有机碳，剩余的重铬酸钾用硫酸亚铁滴定，由所消耗的重铬酸钾量，即可计算出有机碳的含量。其反应式如下：



用重铬酸钾氧化有机碳后，过量的重铬酸钾用硫酸亚铁滴定，其反应式如下：



上述反应可选用邻啡罗啉作指示剂。当用硫酸亚铁滴定重铬酸钾时，溶液颜色由橙黄色到绿色再转变为砖红色，即为滴定终点。

试剂配制

(1) 0.8000 N 重铬酸钾标准溶液：称取经130℃烘3~4小时的分析纯重铬酸钾39.225克，溶于400毫升水中，溶解后定容到1升。

(2) 0.2 N 硫酸亚铁溶液：称取化学纯硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 55.6克，或硫酸亚铁铵78.4克，加6N硫酸30毫升，溶解定容到1升，摇匀备用。

(3) 邻啡罗啉指示剂：称取化学纯硫酸亚铁0.695克和分析纯邻啡罗啉1.485克，溶于100毫升蒸馏水中，摇匀备用。

(4) 浓硫酸（比重1.84，化学纯）。

测定步骤

(1) 在万分之一分析天平上准确称取通过0.25毫米筛孔

的风干土样0.1~0.5克(准确到0.0001克),放入硬质干燥试管中,用移液管加入0.8000N的重铬酸钾5毫升,用注射器沿试管壁慢慢加入5毫升浓硫酸,轻轻摇匀,在试管口放曲颈小漏斗。

(2)将试管插入铁丝笼的小孔内,待油浴锅温度升至180~190℃时,把装有试管的铁丝笼放入油浴锅内加热,此时温度应控制在170~180℃,从试管溶液开始沸腾计时,准确煮沸5分钟后取出。稍冷擦净试管外部油液。

(3)用蒸馏水将试管内液体及残渣洗入250毫升三角瓶中,使瓶内总体积不要超过60~80毫升(保持混合液中的酸度为2~3N),然后加入邻啡罗啉指示剂3~5滴,用0.2N的硫酸亚铁滴定,溶液由橙黄色变绿再突变成砖红色为终点。

(4)在测定样品的同时,必须做两个空白,空白试管中可加入一些纯砂或经700℃灼烧过的土壤代替样品,以免试管中的溶液溅出,其它手续同上。

结果计算

$$\text{有机质}\% = \frac{0.8000 \times 5}{V_0} \times (V_0 - V) \times 0.003 \times 1.724 \times 1.1 \times 100$$

$$\text{有机质}\% = \frac{\text{风干样品重(克)}}{\times \frac{100}{100 - H}}$$

式中:

V_0 ——5毫升0.8000N标准重铬酸钾空白滴定用去的硫酸亚铁毫升数;

V ——滴定待测液中过剩的0.8000N重铬酸钾用去硫酸亚铁的毫升数;

0.003——1毫克当量碳的克数；

1.724——由土壤有机碳换算成土壤有机质的经验常数；

1.1——方法校正系数；

100——换算成百分数；

$\frac{100}{100 - H}$ ——风干土换算成烘干土的系数；

H——土样水分百分率。

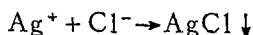
注意事项

(1)根据有机质含量高低来决定称样量。有机质含量在7~15%的土样，可称取0.1克左右；有机质含量在2~7%的土样，可称取0.2克左右；有机质含量在2%以下者，可称取土样0.5克左右。

(2)重铬酸钾氧化法，其氧化率同温度及催化剂有关，利用硫酸的反应热，氧化温度为120℃左右，有机碳的氧化率只有60~86%。当加热使氧化温度达170°~180℃时，有机碳的氧化率可提高到85~90%，但若继续升高温度，氧化率不再提高，只有增加催化剂硫酸银（ Ag_2SO_4 ）才能使有机碳的氧化率进一步提高到96%。因此在计算测定结果时，可根据不同测定条件，采取不同的校正系数。如加热氧化的温度为170~180℃时，可用计算结果乘以1.1的方法校正系数。如加热氧化并加入催化剂硫酸银时，可用计算结果乘以1.04的方法校正系数。

(3)土壤中存在氯化物，可使结果偏高。因为氯化物会被重铬酸钾氧化生成氯气而消耗重铬酸钾，所以测定盐土中的有机质，必须防止氯化物的干扰。对含有氯化物的土样，在称取样品以后，可向试管中加入少许硫酸银使其充分与样品

混合，再加重铬酸钾水溶液，这样土壤中的氯离子就与硫酸银中的银离子生成难溶性的氯化银沉淀，从而消除氯的干扰，其反应为：



(4)在测定石灰性土壤时，必须慢慢地加入浓硫酸，防止由于碳酸钙分解而引起激烈发泡。

(5)消化煮沸时间要准确(从试管溶液开始翻动时计算时间)，否则会给分析结果带来较大误差。为了使每支试管受热均匀，沸腾一致，必须选择厚度一致，直径相同的试管，插入铁丝笼后一起放入油浴锅内，当沸腾时间一到时则一齐提出。

(6)消煮好的溶液颜色应呈黄色或黄中稍带绿色。如果以绿色为主，说明重铬酸钾用量不足。如果滴定时消耗硫酸亚铁的量小于空白用量的三分之一，说明有氧化不完全的可能，应弃去重做。

四、土壤氮的测定

(一)土壤全氮的测定

土壤全氮是指存在于土壤中的各种形态氮素的总和。土壤中氮素形态分为有机态氮和无机态氮两类，而有机态氮主要以蛋白质、核酸、氨基酸存在于腐殖质、植物体和细菌、动植物残体中，占全氮95%以上。这部分氮必须经过土壤微生物的转化作用，变成无机态的氮，才能为植物吸收和利用。由于土壤中无机态氮能直接被植物吸收利用的达不到全氮的5%，所以大部分土壤都缺乏氮素，因而施用氮肥对大部分土壤是有显著效果的。因此，测定并了解土壤全氮的含量，可