

土壤中硫化氫的測定*

李秀男

(中国科学院北京植物生理研究室)

在积水的水稻田中,由于土壤缺乏氧气,在嫌气性細菌的分解作用下,使有机物分解,硫酸盐类被还原而产生硫化氫等可溶性的硫化物。这些硫化物,不易被土壤吸收,伤害水稻根部,产生“根腐”现象,阻碍呼吸作用及对养料的吸收。硫化氫的浓度在 0.1 p.p.m. 时,便对水稻有害,特别是对于土壤吸收力弱的和 pH 较高的砂质水稻田,毒害更为显著。因此,測定水稻土壤中硫化氫的含量,对水稻生产管理便具有很大意义。

一、測定原理

水稻土在盐酸的作用下,硫化物遭到分解,产生硫化氫。硫化氫被吉普氏气体发生器所产生的二氧化碳驅出,用醋酸鋅溶液吸收。所得之硫化氫溶液,在稀盐酸及氧化剂(三氯化鐵)存在下,与对位氨基二甲基苯胺形成蓝色溶液,利用比色法測定之。

二、測定步骤

(一) 土壤中硫化氫的提取 在分析天秤上,称取新鲜湿土 2—5 克(視含硫化氫量而定)置于广口瓶中(其装置如图 1 所示),瓶內盛有 50 毫升蒸餾水。然后加粗盐酸于吉普氏气体发生器中,使其与大理石接触,产生二氧化碳(二氧化碳气的压力相当于 400 毫米水銀柱),通入广口瓶中。在此同时,打开分液漏斗的开关,

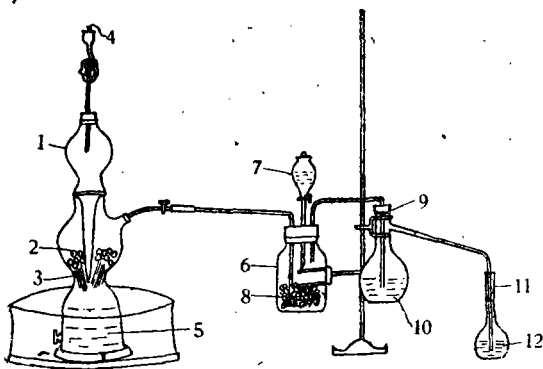


图 1 吉普氏气体发生器的装置图

1. 吉普氏气体发生器; 2. 大理石; 3. 玻璃絲;
- 4, 5. 粗盐酸; 6. 250 毫升广口瓶; 7. 5N 盐酸 50 毫升;
8. 土壤; 9. 250 毫升单管蒸餾瓶; 10. 0.6% 醋酸鋅 30 毫升;
11. 100 毫升量瓶; 12. 0.6% 醋酸鋅 20 毫升。

使盐酸緩緩滴入广口瓶中。約連續通气 15—30 分鐘后,用蘸有醋酸鉛之滤紙試之,如不現黑紫色(硫化鉛),即停止通气,关闭活塞。将单管蒸餾瓶取下,其中液体倒入 100 毫升量瓶中,以 40 毫升蒸餾水,分数次洗滌,洗液亦倒入量瓶中。在 100 毫升量瓶中,加入 5 毫升对位氨基二甲基苯胺試剂,和 1 毫升 0.02M 三氯化鐵溶液,加水稀釋至刻度,搖勻,靜止 3 小时后,进行比色,查标准曲綫求出未知液的硫化氫含量。

(二) 标准硫化氫液的制法 称取 5 克硫化鐵置高筒广口瓶中(其装置視图 2),从分液漏斗中,加入 50 毫升浓盐酸,将盐酸緩緩滴入瓶內,同时不停地搖动高筒式广口瓶,使其产生硫化氫气体,約作用 10 分鐘即可,从量瓶中准确的取出 20 或 25 毫升溶液,放入三角瓶中,加入 1% 淀粉指示剂 3 滴,用 0.01N 碘液滴定至紫

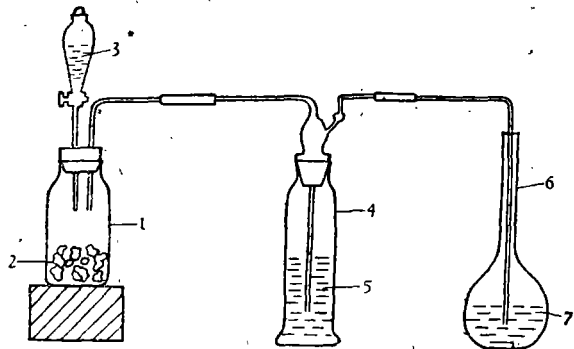


图 2 制取硫化氫水溶液的装置

1. 高筒式广口瓶; 2. 硫化鐵 5 克;
3. 50 毫升浓盐酸; 4. 洗气瓶; 5. 蒸餾水;
6. 500 毫升量瓶; 7. 300 毫升煮沸的蒸餾水。

色,再加数毫升,记录加入碘液数量。然后用 0.01N 硫代硫酸鈉滴定过量之碘液,至溶液紫色退去,成无色溶液时为止,记录硫代硫酸鈉之用量。由硫代硫酸鈉之用量,便可計算出加入碘液过量的数量,再推算出硫化氫的含量。

(三) 标准曲綫的繪制及未知液測定結果的計算 从标准溶液中,依次取出 2、4、8、16 毫升标准液,置于

* 此法系采自 R. F. Milton 及 W. A. Wetters 所著的“Methods of Quantitative Micro-analysis” (微量定量分析法)一书,經本人应用于土壤实验研究而成。

100 毫升量瓶中。各加入 0.6% 醋酸鋅 50 毫升，及对位氨基二甲基苯胺試剂 5 毫升，0.02M 三氯化鐵 1 毫升，稀釋至刻度。搖勻，靜止 3 小時后与未知液同时在光电比色計上比色，用紅色濾光片測定其消光系数。以消光系数、硫化氫的毫克数为縱橫座标，繪成标准曲綫。

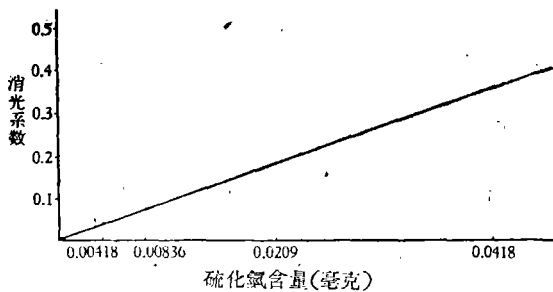


图 3 标准曲綫图

計算：

$$\begin{aligned} \text{硫化氫 (毫克/100 克)} &= \\ &= \frac{\text{測得硫化氫之毫克数}}{\text{湿土重} - \text{湿土重} \times \text{水分} 5\%} \times 100 \end{aligned}$$

(四) 标准綫圖示 从标准硫化氫水溶液中，取 2、4、10、20 毫升，分別置于 100 毫升之量瓶中，加入試剂显色。比色后繪成以下之标准綫：

三、試剂 配 制

1. 对位氨基二甲基苯胺盐酸溶液(現用現配)：称取 0.4 克对位氨基二甲基苯胺($C_8H_{12}N_2$)溶解于 5N 盐酸中，并用 5N 盐酸稀釋至 1 升，貯于棕色瓶中。

5N 盐酸的配法：取 417 毫升比重为 1.19 的盐酸，稀釋至 1 升。

2. 0.1M 三氯化鐵溶液：称取 2.7 克三氯化鐵($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)，溶于 80 毫升的浓盐酸中，以蒸餾水稀釋至 100 毫升，在应用之前稀釋 5 倍(0.02M)。

3. 0.6% 醋酸鋅：在 12.7 毫升 98% 冰醋酸中，加入过量的氧化鋅約 9 克。加蒸餾水至 100 毫升，过滤此液即得 20% 之醋酸鋅。在应用之前，将其稀釋至 0.6% (取 30 毫升 20% 醋酸鋅液稀釋至 1 升，即为 0.6% 醋酸鋅液)。

4. 0.01N 碘液：称取 1.3 克碘与 4 克碘化鉀，用少量水溶解后，加水至 1 升，貯于棕色瓶中，标定其准确浓度。

5. 0.01N 硫代硫酸鈉液：称取 2.5 克硫代硫酸鈉($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)，加入 0.02 克碳酸鈉，用新煮沸并已冷却了的蒸餾水溶解后，稀釋至 1 升，貯于棕色瓶中，标定其准确浓度。

6. 醋酸鉛試剂：称取 95 克醋酸鉛 [$Pb(CH_3COO)_2$]

加入 10 毫升 6N 醋酸，用水稀釋至 1 升。

7. 比重为 1.19 的盐酸。

8. 工业用粗盐酸。

9. 硫化鐵。

10. 大理石。

11. 1% 淀粉指示剂：1 克淀粉加入 100 毫升沸水中，加热溶解后加入甲苯少許。

四、注 意 事 項

1. 加入試剂显色时需慢慢加入，不能搖动，加后稀釋至刻度。搖勻，3 小時后比色，比色時間应一致。

2. 由于硫化氫极毒，故在制取时，需要在毒气橱中或在室外进行。

3. 吉普氏气体发生器用完后，应将其下部的活塞取下，放出盐酸于大玻璃皿中。

(上接第 20 頁)花生、大豆皆增产 30% 左右。据羣众經驗，在同一条件下施猪粪比不施的小麦增产 50—60%。

施肥方法多采取开沟条施(沟深 6—7 寸)，防止肥料流失，使肥料集中，满足农作物生长需求。如 1954 年小麦条施比撒施增产 2—4 倍。

五、养猪积肥和大搞有机肥料

养猪积肥是解决肥料来源的好办法，猪粪的肥效高，一般含氮 1.56—2.98%、鉀 2.0%。猪粪是一种最好的有机肥料，它含有較高的有效磷(0.4%)，所以在紅壤里增施猪粪正是对症下药，增产显著。在大跃进的 1958 年共养猪 7,492 头，积肥 230 万斤，粮食总产量比 1957 年增长 71%。繼續跃进的 1959 年共养猪 8,229 头，比 1958 年增长 10.7%，粮食总产量比 1958 年增产 25%。由此可见，两年来粮食总产量的飞跃增长，与大量养猪积肥是分不开的。

此外，利用茶园、果园、經濟林的行間和一切空隙地、休閑地大种綠肥，并在部分作物里套种矮秆綠肥，同时，大砍青蒿，大搞田头瀝肥，保证每亩施到 15,000—20,000 斤有机肥料。

六、做好水土保持工作

防止水土流失，在紅壤丘陵地区显得特別突出。在暴雨季节，表土被冲走，造成严重的水土流失，破坏土壤結構，降低土壤肥力，影响农作物生长，根据生产中摸索的經驗，采取以下防止水土流失的办法，并取得良好效果。1. 等高种植，旱地梯田化。全场 30,000 亩左右旱地的壟或畦均与等高綫走向一致，从而有力地減輕了水土流失。2. 适当延长伏耕時間，减少伏雨冲刷。3. 种植低矮复盖度大的农作物，如甘薯、花生等。4. 有计划的輪作，增加复种次数，达到“根不离土、土不离根”，加强水土保持，减少冲刷。