

在土壤全氮测定中用水浴通气法蒸馏氨

冯 吉 沈冬莲

(浙江省农业科学研究院中心实验室)

土壤全氮测定工作分为消煮及蒸馏二个步骤,其中以蒸馏较为麻烦。常用的有二种蒸馏方法,一为直接加热蒸馏,另一为蒸气蒸馏(如半微量蒸馏器),这二种方法均需要冷凝设备。此外,直接加热蒸馏装置也比较繁琐,至于应用半微量蒸馏法,不但消煮液需要定容后再吸取一部分进行蒸馏,而且一个工作人员也难以同时使用二架蒸馏器,因此工作效率较低。为了进一步提高蒸馏工作的效率,我们设计了水浴通气的蒸馏方法。经过多次的试验,认为这种蒸馏方法比常用的蒸馏法优越。不但减轻劳动强度,提高工效,而且不影响准确度。

水浴通气法原理:在消煮后的溶液里加入碱,塞以装有进气管及排气管的橡皮塞,放在约 90°C 的水浴中,从进气管通入空气将所生成的氨全部赶出,氨经排气管而被硼酸溶液吸收。

仪器的装置:我们设计的水浴通气蒸馏装置如图1及图2所示。

仪器以一个六孔电热水浴锅为基础,在水浴锅内部装有自制的铅丝架(图2)作为克氏瓶的底座(底座高度约为3厘米)。水浴锅上面配有一块由三条木板组成的可拆开的木盖(其厚度约为2.5厘米)。当木盖盖妥时,适留下24个小孔,将24个克氏瓶的瓶颈夹住,水浴锅的上部设有支架,后面的一根支架用来支住24条进气管,前面的一根支架用来支住24

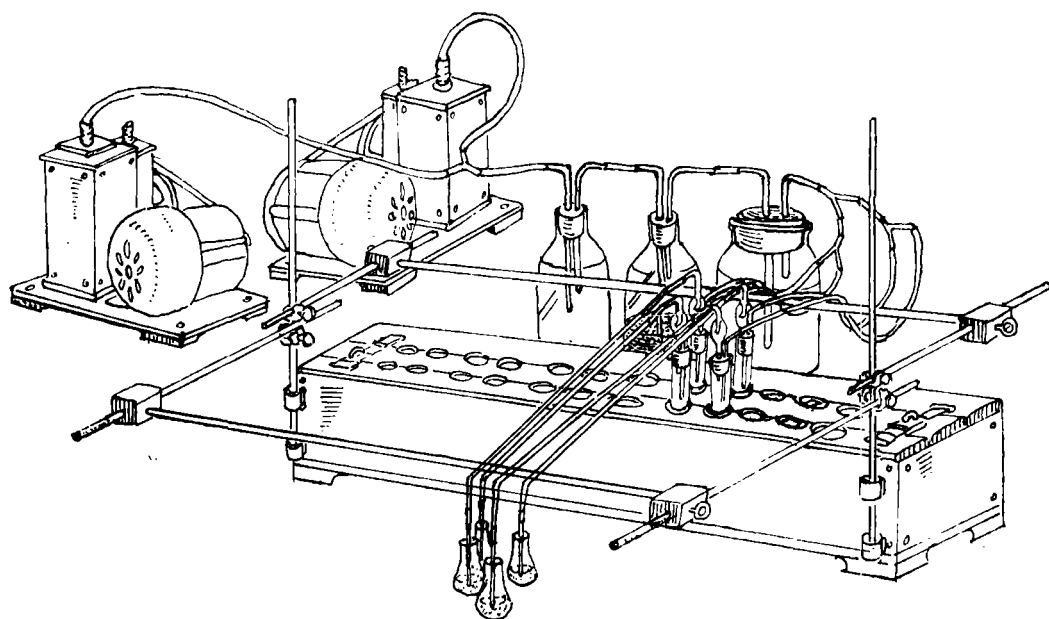


图1 水浴通气法的全部装置

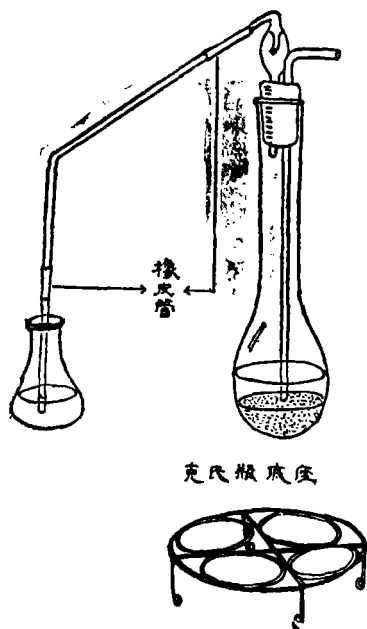


图2 克氏瓶的连接及其底座

条出气管。出气管通过安全球伸出^[1]，再弯成钝角而下垂，其下端伸入盛有硼酸的100毫升三角瓶中。

仪器的通气源由二台1/4匹马力的真空泵及三个中间瓶所组成。真空泵的出气管通过一只Y形管并成一路进入第一只空瓶中(以除去真空泵中可能压出的油)，再进入第二只盛有稀硫酸的洗涤瓶里(除去空气中可能存在的氨)，然后进入第三个大的缓冲瓶。缓冲瓶的大橡皮塞上有6个孔，装入6支玻璃管通过18只Y形管分流2次成为24条进气管，分别伸入24个克氏瓶中。如图1所示。

工 作 程 序

1. 消 煮

采用同一规格的100毫升克氏瓶，称取土样0.5—1克^[2]，加入混合催化剂约1克，浓硫酸5毫升，按常用方法消煮。

2. 准备工作

(1) 在冷却后的消煮液里，加入40毫升水^[3]，再加入30%氢氧化钠溶液约7毫升(用20毫升甘油注射器吸取，通过一只小漏斗沿克氏瓶壁流下，以免瓶塞与碱接触)，摇匀以中和一部分酸液，但是仍需维持溶液为酸性^[4]，然后再加入碱11—12毫升。

[1] 在蒸馏时，水蒸气能在保险球下端的玻璃管内形成水柱，以致阻塞气流畅通，为此建议保险球下端玻璃管长度不超过3.2厘米，而其内径不小于0.42毫米。

[2] 为了避免蒸馏或吸收氨可能不完全，当土壤含有有机质在2.5%左右时，应相应地把称量减至约0.5克。

[3] 加入水可免除硫酸钠呈过饱和状态，否则所析出的硫酸钠晶体会堵塞进气管。

[4] 倘不事先先中和一部分酸液，则通气后由于中和反应过分激烈，发热太多，液体可能冲出。

(2)按照图 1 中式样把仪器装好后^[1],加入热水至半满程度,启开电源,将水加热。

3. 仪器使用步骤

(1) 当水浴温度升至约90℃时,把装有安全球及进气管^[2]的橡皮塞塞住 克氏瓶口,然后把克氏瓶放入水浴锅里,每一个大孔可以放入 4 只克氏瓶。

(2) 把水浴锅的木盖(由三条木板组成,两边各一条,在两排克氏瓶中间又放入一条)盖紧,扣住扣榫,使24只克氏瓶固定。

(3) 用终点溶液浸洗24个出气口,然后将24只事前加入25毫升 2 % 硼酸溶液^[3]的100毫升三角瓶放到水浴锅前面,将24条出气管分别伸入瓶中。移动前面支架,使出气口伸到液面下(当室温高时,应用冷水浴冷却三角瓶)。

(4) 当水温升到89°—93℃之间时,开动一台真空泵,空气就通过克氏瓶内容物(此时同时发生搅拌作用)将氨带出而进入硼酸溶液(倘有的三角瓶中没有气体出来,可适当移动三角瓶及出气管,即可看到气体出来),指示剂的紫红色不久就变成绿色。

(5) 通气15分钟后,再开动第二台真空泵,以更大的气体压力通气10分钟^[4]。

(6) 提高前面支架,使出气管露出液面,继续通气 5 分钟,为了洗涤出气管口。取出蒸馏液滴定之。

(7) 拆开木盖,取出克氏瓶,然后再按上述步骤进行第二次蒸馏^[5]。

比较试验及其结果

为了确定水浴通气蒸馏法的准确性,特对标准溶液进行回收率试验,并将本法的分析

表 1 标准溶液回收率的测定(平均值)

加入量(毫克氮)	半 微 量 蒸 馏 法				水 浴 通 气 法			
	回 收 量 (毫克氮)	回 收 率 (%)	绝 对 差 (毫克氮)	相 对 差 (%)	回 收 量 (毫克氮)	回 收 率 (%)	绝 对 差 (毫克氮)	相 对 差 (%)
0.361	0.357	98.9	-0.004	-1.11	0.363	100.6	+0.002	+0.55
0.722	0.722	100	0	0	0.728	100.8	+0.006	+0.83
1.082	1.091	100.8	+0.009	+0.83	1.088	100.6	+0.006	+0.55
1.443	1.452	100.6	+0.009	+0.62	1.455	100.8	+0.012	+0.83
1.804	1.815	100.6	+0.011	+0.61	1.823	101.1	+0.019	+1.05

表 2 二种方法测定结果的比较(平均值)

样 品 名 称	红 壤	小 粉 土	青 紫 泥	20 号 土	27 号 土
半微量蒸馏法* (%N)	0.063	0.066	0.207	0.102	0.097
水 浴 通 气 法 (%N)	0.063	0.066	0.201	0.100	0.095

* 半微量蒸气蒸馏法测定结果其中有三个稍有偏高的趋势,原因是消煮液连同残渣一起定容于 50 毫升容量瓶之故。

[1] 橡皮管及玻璃管均需放在稀酸内浸一夜,然后再用水冲洗,以除去它们的碱性。

[2] 进气管最下端的位置应在酸碱交界面上下的±2毫米内,否则应调节之,这样可使气流的大小较为一致。

[3] 应事前把混合指示剂加到硼酸溶液内,并调节到等当点附近。

[4] 若一开始就开动二台真空泵,因压力太大,当被测物含氮量高时,可能使氨的吸收不完全。

[5] 仪器安装好后,应做一次空白试验,以检验仪器是否洗干净。

结果与本室常用的半微量蒸馏法的结果进行了比较，最后又对本法的多次测定结果进行标准差计算。试验结果见表 1 至表 3。

由表 1 至表 3 的数据可知水浴通气蒸馏法的回收率是合乎理想的，重复性好，测定结果与半微量蒸馏法的结果相符合。本法亦可用于测定植株的全氮。

表 3 水浴通气法多次测定结果的可重复性

样 品 名 称	测定项目		X	$\bar{X}$	S _x
	N %				
红 小 粉	壤 土		0.062, 0.063, 0.062, 0.064, 0.064, 0.063, 0.062,	0.063	0.00091
			0.066, 0.067, 0.065, 0.067, 0.067, 0.066, 0.067, 0.066, 0.067。	0.066	0.00087
青 紫	泥		0.199, 0.201, 0.198, 0.195, 0.205, 0.202, 0.204, 0.205, 0.201, 0.197, 0.203, 0.198。	0.201	0.0033
2 0 号	土		0.099, 0.102, 0.101, 0.100, 0.101, 0.098, 0.099, 0.098。	0.100	0.0015

注 X 一为 N % 的多次重复分析结果。 $\bar{X}$ 一为 N % 平均值。S_x 一为 N % 标准差。

小 结

本文所设计的氨蒸馏的水浴通气法，可以用来进行土壤及植物样品的全氮测定以及其他的氨蒸馏工作。其优点是：(1)不需要冷凝管装置；(2)不需要直接加热或通以蒸气，从而没有蒸馏液被倒吸的危险；(3)在一个六孔水浴锅中同时可进行24只瓶子的蒸馏工作，既提高了工效，又不影响测定的准确度；(4)操作较为简便，安全，可减轻劳动强度。

尿素-甲醛肥料的研制及生物试验

中国科学院南京土壤研究所所长效肥工作组

在长效性合成氮肥中，“尿醛”是最为普遍的一种类型。而尿素-甲醛在“尿醛”类型中又比较成熟。这种由尿素和甲醛缩合的缓溶性有机体，早在本世纪的30年代已经开始试制，而比较完整的实验室流程，则见于1946—1948年文献中^[1,2]。尿素-甲醛作为一种商品肥料供应，则在1955年。同年美国农业部的农业化学工作者协会，颁布了检定方法。规定市售的尿素-甲醛肥料的全氮含量不低于35%，而其中冷水不溶性的氮不能低于全氮量的60%，氮素活度指数不能低于40^[3]。

尿素-甲醛肥料的生产虽然已经有了近20年的历史，并且也有了一些肥效试验说明这项长效肥的作用。但是它在农业实践上的应用，还是局限于果树、多年生牧草和观赏植物上。它的用量可以高达每亩300市斤，一次施入，而不致烧苗。在经济作物上也偶尔施用，通常和磷、钾及其它化学氮肥相配合。

1971—1972年，我们进行了尿素-甲醛肥料和用尿素-甲醛树脂作为包被物质的长效性化学氮肥的研制（后一项工作和南京化工学院、南京塑料厂合作，将另行报道）以及盆栽和大田试验。兹将尿素-甲醛肥料的研制结果做一简报。并就尿素-甲醛肥料的缩合