

钾电极在测定土壤悬液后,最好用 1% NaCl 浸洗一下,再用蒸馏水冲洗并吸干,以减少土粒吸附在电极膜的表面,影响测定结果。

四、小 结

初步拟定了稀盐酸提取用钾电极测定土壤速效性钾的方法。对于南方酸性土壤和中性土壤, 0.05N HCl 是较好的提取剂,但对于盐土或北方土壤,则需提高酸的浓度才能与 1N NH_4Ac 的提取能力大致相当。钾电极法本身具有较好的精度和稳定性,其相对误差在 6—10% 之间。

本法具有操作简便易行的特点,既适用于实验室,又适用于田间。可供没有火焰光度计的县、社一级农科所室内测定与野外速测之用。

参 考 文 献

- [1] G·J·穆迪, J·D·R. 托马斯著(中国科学院南京土壤研究所电极组译),选择性离子敏感电极,科学出版社,1975。
- [2] D·Shaked and A·Banin, Soil Sci., 117, 200—204, 1974。
- [3] D·M·Ekpete, Soil Sci., 113, 213—221, 1972。

茶园土壤有机质的比色测定

四川省苗溪茶叶科学研究所

土壤有机质一般是用丘林法^[1,2,3]进行常规分析,资料^[3]曾介绍过稀碱热浸比色法,由于条件限制,这两个方法均不便田间速测。本文将介绍茶园土壤中有机质与腐殖酸,及腐殖酸与 3% NaOH—1% EDTA 浸提液关系的研究后所制定的比色分析法,其方法是:在常温下,用 3% NaOH—1% EDTA 溶液浸提标准土样(已用丘林法准确测定出有机质及腐殖酸的土样),浸出液颜色作为标准,用同法处理待测样,然后与标准进行比色测定。

本法是用标准土样制作工作曲线或标准色阶,能大宗、快速地分析样品,操作简便,并可用于田间速测。在应用工作曲线分析时,相对误差为 5% 左右,用标准色阶速测,色差准确度为 0.1—0.2%。

一、试剂及仪器

1. 0.4N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液 准确称取 9.806 克 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (分析纯) 溶解于 100 毫升蒸馏水中,在不断搅拌下,缓缓加入 100 毫升浓硫酸(比重 1.84)。冷却后,转入 500

毫升容量瓶中,用冷的 1:1 硫酸定容。

2. 0.2N FeSO_4 标准溶液 准确称取 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (分析纯) 55.60 克, 溶于适量蒸馏水中, 加入浓硫酸 (比重 1.84) 20 毫升, 冷却后, 转入 1000 毫升容量瓶中, 用蒸馏水定容。此液的准确浓度, 使用时, 用 0.4N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液标定。方法与后面腐殖酸测定中的空白试验相同, 但不加 1% NaOH , 也不加热。

$$N_{\text{FeSO}_4} = \frac{N_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{V_{\text{FeSO}_4}}$$

3. 85% H_3PO_4 (分析纯)。

4. 0.5% 二苯胺指示剂 称 0.5 克二苯胺溶解于 100 毫升浓硫酸 (比重 1.84) 中。

5. 1% NaOH 溶液 称 10 克 NaOH (分析纯) 溶解于 1000 毫升蒸馏水中。

6. 3% NaOH —1% EDTA 溶液 称 30 克 NaOH (分析纯) 及 10 克 EDTA (分析纯) 溶解于 1000 毫升蒸馏水中。

7. 仪器 581—G 型光电比色计一台, 温度计 (360°C) 一支, 磷酸浴, 滴定管 (25 毫升酸式), 小漏斗 (直径 5 厘米、短尾), 电炉, 带塞玻璃瓶 (30 毫升), 吸管 (10 及 25 毫升), 容量瓶 (250 毫升), 三角瓶 (150 及 250 毫升), 100×10 毫米的小比色管。

二、标准土壤的分析

1. 土样的制备 将同一区域的茶园土壤抽选 5—10 个 (每个约 50 克), 剔除肉眼能看见之石子、草根、枯叶等植物残体, 于 50°C 下烘干、研细、全部过 80 目筛, 反复拌匀后储于磨口瓶内。

2. 有机质的测定 (1) 称取上述土样 0.2—0.5 克 (称准至 0.2 毫克, 有机质 < 2% 的称 0.5 克, 2—4% 称 0.3 克, 4—7% 称 0.2 克), 置于干净的 150 毫升三角瓶中, 准确加入 10 毫升 0.4N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液。(2) 于瓶口装上小漏斗后, 置于 180°C 的磷酸浴中, 调节热源, 使酸浴温度控制在 170—180°C 之间, 从内容物沸腾起计时, 微沸 5 分钟。(3) 冷却后, 用水洗漏斗, 洗液并入三角瓶内, 使瓶内液体总体积为 60—70 毫升。(4) 加入 2 毫升 85% H_3PO_4 及 10 滴二苯胺指示剂后, 用 0.2N FeSO_4 标准溶液滴定到溶液由紫蓝突变为绿色为止, 记录所耗 FeSO_4 溶液的体积 V_1 。(5) 用 0.5 克纯砂或已灼烧除去了有机质的土壤代替样品作空白试验, 记录所耗 FeSO_4 溶液的体积 V_0 。

$$\text{有机质}\% = \frac{(V_0 - V_1) \times N \times 0.003 \times 1.724}{D} \times 100$$

式中: V_0 —滴定空白时所耗 FeSO_4 溶液体积, 毫升。

V_1 —滴定样品时所耗 FeSO_4 溶液体积, 毫升。

N — FeSO_4 标准溶液的当量浓度。

D —样品称量, 克。

3. 腐殖酸的测定 (1) 称取制备土样 10 克 (称准至 10 毫克), 置于 500 毫升三角瓶中, 加入 250 毫升 1% NaOH 溶液后, 在沸水浴上加热浸提 2 小时 (每 20 分钟搅拌一次)。(2) 冷却后转入 250 毫升容量瓶中, 用蒸馏水定容, 充分摇匀, 用干滤纸过滤。(3) 吸取

10毫升滤液置于150毫升三角瓶中,准确加入10毫升0.4N $K_2Cr_2O_7$ 溶液,以后的操作步骤同有机质测定的(2)至(4)。空白试验用10毫升1%NaOH代替滤液进行。

$$\text{腐殖酸}\% = \frac{(V_0 - V_1) \times N \times 0.003 \times 1.724 \times 25}{D} \times 100$$

式中: V_0 , V_1 , N , D 的意义与有机质的测定相同。

4. 同区域土壤平均K值的求得

$$K = \frac{\text{有机质}\%}{\text{腐殖酸}\%} \quad K_{\text{平均}} = \frac{K_1 + K_2 + \dots + K_n}{n}$$

表1列出了两个茶区10个标样的有机质,腐殖酸及平均K值的测定结果。

表1 两个茶区标准土样的测定结果

茶区土样编号	大坪					苗上				
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
采样地点	六队	十九队	十九队	九队	十八队	五队	三队	五队	二队	茶科所
pH 值	5.5	4.8	4.8	5.2	5.9	4.4	5.9	4.5	5.3	6.9
有机质%	3.89	2.24	1.93	1.79	1.93	3.79	2.37	2.28	2.16	1.37
腐殖酸%	2.23	1.29	1.11	1.04	1.10	1.89	1.21	1.15	1.08	0.70
$K = \frac{\text{有机质}\%}{\text{腐殖酸}\%}$	1.74	1.74	1.74	1.75	1.75	1.99	1.96	1.98	2.0	1.96
$K_{\text{平均}}$	$K_{\text{大坪}} = 1.75$					$K_{\text{苗上}} = 1.98$				

三、工作曲线及标准色阶的制作

将上述10个标样准确称取1克(称准至1毫克),置于30毫升有塞玻璃瓶中。用移液管吸加25毫升3%NaOH—1%EDTA溶液,盖上瓶塞用力上下摇动三分钟,静置15分钟,用干滤纸过滤。取部分滤液在光电比色计上,用蓝色滤光片、1厘米厚的比色皿及3%NaOH—1%EDTA溶液作空白,测定其消光度E值,得表2所列数据。用土样腐殖酸%为横坐标,对应的E值为纵坐标,在坐标纸上作图,则得图1所示之工作曲线。

表2 标准土样腐殖酸含量的消光度E值的测定 (浸提液温度10°C)

土样编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
腐殖酸%	2.23	1.29	1.11	1.04	1.10	1.89	1.21	1.15	1.08	0.70
E	1.40	0.62	0.47	0.43	0.47	1.10	0.56	0.52	0.46	0.17

将剩余滤液,各注入100×10毫米之小比色管中,塞上橡皮塞,用腊封固管口,标上各自腐殖酸的百分含量,即得标准色价。

四、样品分析

土样的准备与标准土样的制备相同(若系田间速测,可选干燥土壤,捻细、剔除肉眼可见之石子、草根、枯叶等植物残体即可)。称取1克土样置于30毫升有塞玻璃瓶内。

以下浸提、过滤、滤液消光度E值的测定与工作曲线的制作中相同。由消光度E值在工作曲线上查得相应的腐殖酸百分含量。

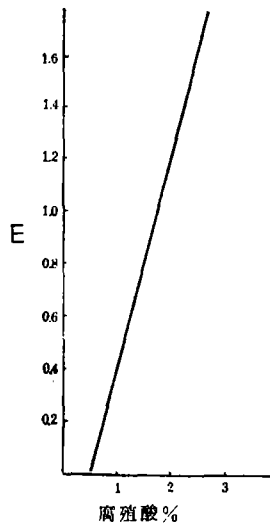


图 1 测定腐殖酸的工作曲线

若系田间速测,则将滤液置于100×10毫米小比色管中与标准色阶比较即可直接续出土样中腐殖酸的百分含量。

有机质% = 腐殖酸% × K平均
式中: K平均—为待测样所在区域的平均K值

表 3 列出了用本法及丘林法分析14个茶园土壤的结果比较。

五、讨 论

1. 从表 1 可以看出,不同区域的茶园土壤的K值是不同的,而同一区域的K值则比较接近,因此可以通过试验求得平均K值,作为该区域的换算系数。同时由K值的定义可知,区域的平均K值越大,说明土壤中腐殖酸在有机质中所占比例越小。

2. 由表 2 数值及图 1 的工作曲线说明,在常温下,用3% NaOH—1% EDTA 溶液浸提土壤,浸提液的颜色仅与

表 3 用本法及丘林法测定土壤有机质的结果比较

土样编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
有机质%(比色法)	3.80	3.0	2.86	2.90	2.10	1.80	1.52	1.50	1.51	1.24	1.10	5.40	4.46	2.00
有机质%(丘林法)	3.74	3.0	3.04	2.80	2.13	1.87	1.57	1.50	1.52	1.20	1.05	5.63	4.27	2.05
绝对误差%	0.06*	0	0.18*	0.10*	0.03	0.07	0.05	0	0.01	0.04*	0.05*	0.23	0.19*	0.05
相对误差%	1.6	0	6	3.5	1.4	3.7	3.2	0	0.66	3.3	4.7	4.1	4.4	2.4

其腐殖酸的含量成正比关系。由于K值的不同,不能用浸提液颜色直接表示土壤有机质含量。

3. 我们曾作过5% NaOH, 3% NaOH及3% NaOH—1% EDTA 三种溶液在常温下,浸提茶园土壤中腐殖酸的比较试验。试验证明,前两种浸出液的E值较小,5% NaOH浸出液还蚀穿滤纸,后者E值较大,与腐殖酸含量有直线关系,所以选用后者。

4. 用3% NaOH—1% EDTA 溶液浸提土壤中腐殖酸时,浸提时间,浸提温度以及浸出液的稳定性等条件试验,结果列于表 4。

表 4 土壤浸提条件对消光度E值的影响

浸 提 条 件	浸提3分钟后放置的时间					浸提时温度(°C)					浸出液放置时间(稳定性)				
	0	10分	30分	4小时	8小时	8	15	20	25	30	15分	30分	1天	3天	7天
E	0.60	0.65	0.65	0.65	0.66	0.63	0.66	0.70	0.77	0.80	1.40	1.40	1.40	1.40	1.40

根据条件试验：我们选择的浸提时间为，摇动 3 分钟，静置 15 分钟后过滤；由于浸提时温度对 E 值影响较大，因此，建议冬季浸提液温度控制在 10°C 作工作曲线，夏季在 30°C 作工作曲线；由于浸出液稳定性较好，标准色阶可按季节制备。

参 考 文 献

- 〔1〕 中国农业科学院江苏分院编，土壤肥料分析法（第二版），第 20 页，上海科学技术出版社，1964。
- 〔2〕 中国土壤学会土壤农化分析专业委员会编，土壤常规分析方法，第 6 页，科学出版社，1974。
- 〔3〕 叶柄等编，土壤的理化分析方法，第 31—37 页，科学出版社，1965。

（上接第 269 页）

毛主席教导我们：“人类的历史，就是一个不断地从必然王国向自由王国发展的历史。这个历史永远不会完结”，“在生产斗争和科学实验范围内，人类总是不断发展的，自然界也总是不断发展的，永远不会停止在一个水平上。因此，人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进”。二十多年来，广大群众同旱涝盐咸反复斗争的实践，丰富和发展了综合治理的认识。然而，生产实践没有完结，我们的认识也没有完结。要达到根治旱涝盐咸，任务还很艰巨。但是，我们相信，只要高举毛主席的伟大旗帜，努力学习和运用毛主席的哲学思想，坚持“实践、认识、再实践、再认识”的辩证唯物主义的认识论，我们的认识就能够越来越符合客观外界的规律性，就能够逐步从必然中获得更多的自由。在华主席为首的党中央领导下，依靠千百万群众的智慧和力量，毛主席“一定要根治海河”的伟大遗愿一定能实现；春旱不旱、夏涝不涝、盐地变良田、咸水化淡水的理想一定能成为现实；黑龙港大地一定能变成祖国的粮棉基地，为加速建设现代化的社会主义强国做出更大的贡献。