

参 考 文 献

- [1] 叶美里扬诺夫等(王玉常译), 同位素应用译丛, 3, 24—28, 1964.
- [2] Л. И. Бескин, Вестник Сельскохозяйственной Науки, 2, 119—121, 1965.
- [3] В. А. Емельянов, Гидротехника и Мелиорация, 9, 34—40, 1964.
- [4] G. Pierpoint, Soil Science, 101(3), 189—192, 1966.
- [5] D. R. Grant, The Journal of soil Science, 26(2), 124—129, 1975.

简易浊度计的制作 及其在土壤速测中的应用

许祖恩 程国福 宋寿英

(甘肃农业大学)

由中央农林部科教局主持, 1975年2月在北京召开的土壤普查与土壤诊断座谈会指出:“特别要注意创造适应于群众性科学种田及土壤普查的诊断方法及其相应的诊断标准和仪器”。

从常用的分析方法来看, 不论是利用四苯硼钠法测钾或者利用联苯胺、氯化钡法测定土壤中水溶性硫酸盐(包括水质分析)均涉及到比浊。为了提高这两项分析工作的效率和精密度, 需要探索更为简便的方法和仪器。根据我们实践中的体会和现有资料的介绍, 采用自制的简易浊度计完全有可能得出较为满意的结果。现将我们在校外教学基点上仿制改装的有关简易浊度计的一些初步经验, 介绍给有关方面参考。

一、简易浊度计的制作

取刨光的薄板数块, 用牛皮胶粘成边长142毫米、底宽60毫米的小方框。本框内侧中间70毫米处的两端各切一小槽, 其中嵌入显微镜用载玻片一块。在木框的顶端钻一小孔, 其直径大小以刚好插入一只口径为12毫米、高度为70毫米的平底比浊管为度。于载玻片下安装6伏直流电压的小灯泡一盏。木框左侧的长边上, 从嵌有玻片处开始, 分别精确地刻划0—7厘米长的刻度标尺一幅; 即成简易浊度计。本装置参考测硫酸根浊度计^[1]仿制改装, 其外形如图1。

二、测定原理

(一) 化学反应

盐酸联苯胺与硫酸盐(或者氯化钡与硫酸盐)可生成不溶解而悬浮着的联苯胺硫酸盐

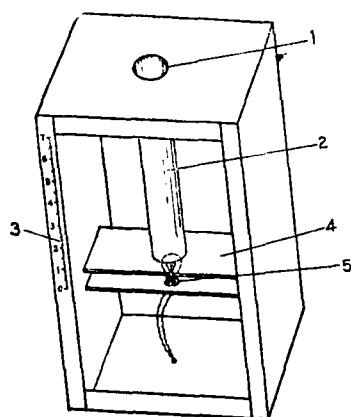
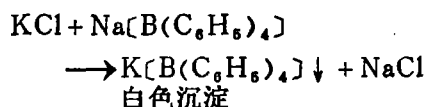
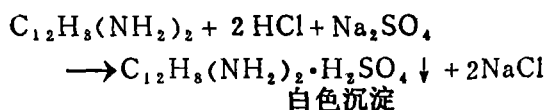


图1 简易浊度计装置

1. 比浊管俯视孔 2. 平底比浊管
3. 刻度标尺(厘米) 4. 玻璃板
5. 6伏小灯泡

(或者硫酸钡)。而钾与四苯硼钠可生成四苯硼钾的微粒物质。其各自的反应式如下:



(二)比浊原理

若在定量的混浊度下,简易浊度计中标准液的高度是 H_1 , 其浓度等于 C_1 , 而在混浊度相同时, 另一标准液的高度为 H_2 、其浓度为 C_2 , 则根据简单的比浊定律应该是 $C_1 \cdot H_1 = C_2 \cdot H_2 = K$, K 为常数, 故浓度 C_1 与高度 H_1 成反比。为此可利用标准硫酸盐或氯化钾溶液的已知各种不同的浓度, 和它们在浊度计中的相应高度为坐标, 绘成工作曲线或列成表格。根据待测液在比浊管中的高度, 由工作曲线图或表中求出硫酸盐或浸提性钾的含量。若待测液中含有量过高, 可酌加若干毫升的蒸馏水后测定, 将测定结果乘以稀释倍数, 如样品体积为 1 毫升, 而稀释后的总体积为 10, 则稀释倍数为 10 倍。反之, 待测液中含有量过低, 可以分别加入标准硫酸盐溶液或氯化钾溶液, 并从结果中减去所加的浓度数, 即为所得结果。

三、实际应用

土壤可溶性硫酸盐的测定

(一)试剂配制

联苯胺: 称取分析纯联苯胺 7 克, 加 6 N 盐酸 20 毫升, 再稀释至 1000 毫升, 等完全溶解后, 过滤于棕色瓶中。

(二)工作曲线的制作

(1) 精确称取无水硫酸钠 1.4792 克、1.1835 克、0.8874 克、0.7396 克、0.5918 克数份, 分别置于 100 毫升容量瓶中, 加 30 毫升蒸馏水溶解, 最后定容至 100 毫升, 即为含 SO_4^{2-} 1%、0.8%、0.6%、0.5%、0.4% 标准液, 然后再配制 0.1%、0.2%、0.3% 稀释液三份 组成由 0.1~1.0% 的系列标准液。

(2) 吸取 0.1%、0.2%、0.3%、0.4%、0.5%、0.6%、0.8% 系列标准液 1 毫升, 加联苯胺 1 毫升, 白色沉淀出现后随时摇匀, 以蒸馏水稀释至 10 毫升。

(3) 将操作步骤 2 中的混浊液, 逐滴放入平底比浊管内, 由顶端小孔中俯视, 直滴至 6 伏小灯泡

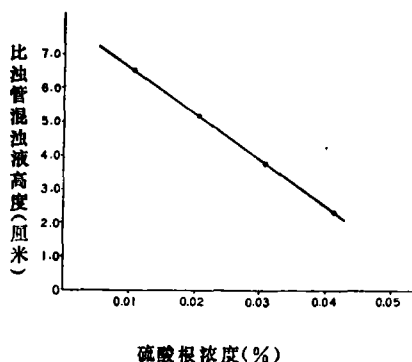


图2 联苯胺比浊法测硫酸盐工作曲线

光亮点看不清为止。取下比浊管，在比浊计左侧标尺上量出混浊液高度，即可分别读出系列标准液的高度值。在方格坐标纸上，以不同标准液的高度值为纵坐标，以浓度为横坐标，作出工作曲线。现将我们所测结果绘成图 2。

试验表明，硫酸盐标准液的浓度在 0.01%~0.04% 范围之内，工作曲线为一直线，高于这一范围，其误差就比较大。

(三) 土壤与水样的测定

(1) 称取经风干后的土样 5 克，加入蒸馏水 10 毫升，剧烈振荡 1~2 分钟，静置数分钟，用干滤纸过滤。

(2) 取滤液 1 毫升加入联苯胺试剂 1 毫升，产生白色沉淀后摇匀，用蒸馏水稀释至 10 毫升或根据土壤中 SO_4^{2-} 的含量采用合适的稀释倍数。

(3) 将已经摇匀的 10 毫升混浊液，用滴管逐滴滴入平底比浊管内，比浊方法同上，从比浊计左侧标尺上量出混浊液高度，即可从工作曲线上查出相应的结果然后乘以稀释倍数(表 1)。

表 1 联苯胺法测定土壤与水样中 SO_4^{2-} 的结果

采 样 地 点	采样深度(厘米)	混浊液高度(厘米)	稀释倍数	含 SO_4^{2-} %
银达乡大队	0—5	4.2	2 × 20	1.0
第八生产队	5—25	5.0	2 × 20	0.8
盐碱土试验地	25—30	5.0	2 × 5	0.2
银达乡大队学校办农场泉眼	待测水样 10 毫升	5.0		0.2 克/升

(4) 水样分析可直接吸取水样 10 毫升，加联苯胺 1 毫升，产生白色沉淀后摇匀，用同上方法求出混浊液的高度，并从工作曲线中查出相应的浓度乘 10 即得出每升含 SO_4^{2-} 的克数。

土壤浸提性钾的测定

(一) 试剂配制

(1) 5% 的碱性四苯硼钠溶液：称 5 克四苯硼钠(试剂级)于 50 毫升蒸馏水中，然后加 4 毫升 0.25N 的 NaOH，用蒸馏水稀释至 100 毫升。

(2) 甲醛—EDTA 溶液：溶解 2 克 EDTA 二钠盐于含有 2 毫升 0.25N NaOH 的 50 毫升蒸馏水中，然后稀释成 100 毫升，按二份 2% 的 EDTA 液加一份 40% 甲醛(试剂级福尔马林)的比例混合。两种溶液一定要在当天用时才混合。

(二) 标准曲线的制作

(1) 精确称取 1.907 克氯化钾，用 10% NaCl 稀释至 1 升，该溶液浓度 1 毫升 = 1 毫克 K^+ 。

(2) 在若干 100 毫升的容量瓶中分别用刻度吸管加入上述氯化钾溶液 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 毫升，用 10% NaCl 定容到刻度，则分别为 10、20、30、40、50 ppm 钾系列标准液。

(3) 取上述系列标准液各 1 毫升加甲醛—EDTA 液 2 毫升再加 5% 四苯硼钠液 1 毫升，产生白色沉淀后，摇匀再稀释到 10 毫升，静置 15 分钟后比浊。

(4) 将步骤 3 中的稀释液逐滴滴入平底比浊管内，测定方法同上。以不同标准液的高

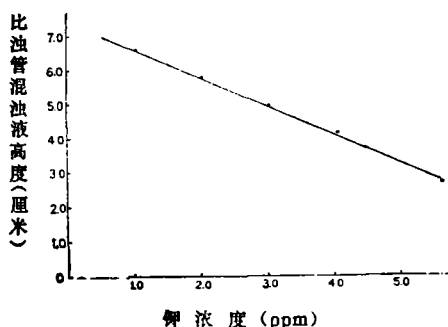


图3 四苯硼钠法测钾工作曲线

度值为纵座标,以浓度为横座标,用方格座标纸作出工作曲线。现将我们所测结果绘成图3。

(三)土壤浸提性钾的测定 按本涅特(A.C.Bennett等)介绍的方法^[2]进行,该法适用于酸性土壤。所用浸提液为10% NaCl。

(1)置5克土于三角瓶中,加10%NaCl 25毫升,并加少量经检查不含钾的活性炭作为脱色用。

(2)振荡5分钟过滤。

(3)把经过滤的1毫升浸提液移入10毫升的试管中。

(4)加2毫升甲醛——EDTA液。

(5)用皮下注射器强有力的注入1毫升5%的碱性四苯硼钠液到上述介质里(也可用滴管加)。

(6)让混合物静置15分钟,然后用蒸馏水稀释成10毫升。

(7)将操作步骤6中的稀释液逐滴滴入平底比浊管中,测定方法同上。从工作曲线上查出待测液的相应高度位置,所得结果乘以稀释倍数(表2)。

表2 四苯硼钠法测定土壤浸提性钾的结果

采 样 地 点	层 次	混浊液高度(厘米)	稀释倍数	含 钾 量(ppm)
银达八队肥料试验地	耕作层	5.5	5 × 10	2.4 × 50 = 120
银达八队六六等距带试验地	耕作层	5.8	5 × 10	2.0 × 50 = 100

(四)注意事项

(1)在冷凉的条件下,四苯硼钠与EDTA一般可稳定达两周。EDTA与甲醛混合后静置不可超过6小时,因为甲醛与EDTA中的NaOH有作用。

(2)工作曲线可在成批分析样品的同时绘制,测定标准溶液和土壤浸出液时的一切操作必须力求严格一致。当1毫升溶液中钾量在10—40ppm范围内时,所得工作曲线为一直线。

(3)土壤溶液中钙镁的存在有干扰,但据报导,其浓度低于50ppm时影响较小或无影响。Ca、Mg浓度达到200ppm后就出现干扰现象,加入EDTA到沉淀介质中即是为了减轻这种干扰,而且EDTA还可以络合某些其他金属离子,因而对本法的整个精密度有利。

四、初 步 总 结

本文所介绍的是简易浊度计的制作及其在测定土壤水溶性硫酸盐与速效性钾中的应用,根据试验表明,在缺乏精密仪器的情况下,采用自制的简易浊度计完全有可能得出较为满意的结果。通过不同人员所作的工作曲线与土壤、水质样品的比浊测定,其结果

均获得明显的复现性。本法测定硫酸盐标准液的浓度在 0.01—0.04%、钾的标准液浓度在 10—40ppm 范围之内工作曲线皆为一一直线。至于比浊时温度、pH 值、 NH_4^+ 含量,浸提液种类与浓度等因素对测钾的影响,以及本方法步骤的进一步完善均有待继续进行试验。

参 考 文 献

〔1〕 丹阳化肥厂,碳酸氢铵生产分析, 43—45页, 燃料化学工业出版社, 1973。

〔2〕 A.C.Bennett et al., Soil Sci. Soc. Amer. Proc., 29(2), 192—194, 1965。

土壤微量钾的快速测定

广东国营文昌育种站生产科化验室

在土壤微量钾的测定中,火焰光度计法虽好,但在农场和农村尚不能普遍采用。亚硝酸钴钠法、高氯酸法等,或由于沉淀成分不恒定,或精密度低、操作手续繁冗等缺点,已为较先进的四苯硼法所取代。四苯硼法虽有沉淀成分恒定、溶解度小、分子量大等优点,但在土壤微量钾的测定中,常因沉淀物颗粒细小而带絮状,造成过滤洗涤困难,加以砂芯坩埚重量大,沉淀物重量微小,使用一般的分析天平常引起很大的误差,造成重量法测钾的难以克服的缺点。采用容量法(如银量法和溴酸盐法)^{〔1〕},同样亦未消除过滤洗涤等困难。我们在实践中应用十六烷基三甲基溴化季铵(下简称十六烷铵),在溴酚蓝指示剂下,滴定剩余的三苯硼钠^{〔2〕},并把原法中的过滤、稀释、校正三苯硼钠求滴定率等繁冗手续统统扬弃,改用在不过滤沉淀物的条件下直接滴定,获得了满意的结果。改良后的方法,经过一年的测定,深感此法终点敏锐,观察清晰,操作简捷,八个小时可测100个样次,比重量法、银量法等至少快五倍以上,节省试剂消耗约70%以上。精密度也高,特别供试液中钾量在1—4毫克的范围内时,误差最小,适合于微量钾的快速测定。

一、测 定 方 法

试剂

(1) 四苯硼钠溶液的配制 称取0.6844克的四苯硼钠溶于70毫升的蒸馏水中,加1.0克氢氧化铝,搅拌几分钟,过滤。如发现混浊,重新过滤。于滤液中加入0.2毫升20%的氢氧化钠,定容到100毫升,此溶液的浓度约为0.02N,

(2) 十六烷铵溶液的配制 称取0.7288克的十六烷铵,加2毫升分析纯的酒精(95%),慢慢搅拌溶解(如有少量不溶,于水浴上稍加热即可溶解完全),用蒸馏水定容到100毫升,此溶液的浓度约为0.02N,