

保护地栽培土壤溶液分析方法

伊藤 纯雄

蔬菜保护地栽培是一种典型的集约化栽培方式。既要提高产量又要降低生产成本,就必须根据土壤农化分析结果,结合蔬菜作物生育需要指导施肥。下述方法恰可利用微量(10 μ l以下)土壤溶液样品,简单、迅速地测定主要无机离子成分,提供定期追肥所需要的参数,

该法特点是:以直径18mm试管为容器,用自动移液管(5000~1000 μ l、1000~200 μ l、250~50 μ l三种)依次把样液和试剂加入试管内,振摇混匀,取少量样液就能定量分析。如遵守操作规程,分析精确度不亚于常规分析方法。分析仪器使用分光光度计、火焰光度计、原子吸收分光光度计。

1. 硝态氮分析 酚二磺酸法

氯离子在比色液中超过10ppm,就需除去,而一般保护地的土壤溶液中含NO₃⁻相当多,往往无须除去。在硫酸根分析中要除去氯离子,一般认为在微型层析柱中填装银树脂效果很好。

试剂

① 酚二磺酸溶液:25g酚二磺酸边搅拌冷却边溶于150ml浓硫酸中,加发烟硫酸(含SO₃15%以上)75ml,沸水溶2小时。

② 12N氢氧化钠溶液:336.5gNaOH溶于蒸馏水中,继之定容为500ml。

操作

1) 试样溶液(含NO₃⁻-N20 μ g以下,通常200 μ l左右)加入试管底部,放烘箱中蒸发干燥,

2) 加①液400 μ l,充分混匀。

3) 加蒸馏水8000 μ l。

4) 加②液1600 μ l,振荡混匀。

5) 于420nm处比色。

标准曲线

取含20ppm NO₃⁻-N标准溶液0~1,000 μ l,分别加入试管,使之蒸发干燥。继续操作按操作步骤(2~5)进行。使用1厘米比色杯时,标准曲线在0~2ppm时大致为直线,2ppm吸光度大约为1.0。

2. 铵态氮分析 Dorich, Nelson 吡啶酚法

试剂

① 苯酚硝普盐溶液:35g酚和170mg硝普酸钠溶于蒸馏水并定容为500ml,放在低温暗处保存。

② 碱缓冲溶液:7.4gNaOH、24.9gNa₂HPO₄(若用12个结晶水的盐,则为62.8g),溶于蒸馏水至450ml。

③ EDTA溶液:30gEDTA2Na溶于蒸馏水并定容至500ml。

④ 碱性次氯酸溶液:②液9份和19%次氯酸钠试剂1份(V:V)混合。使用当天配制。

操作

1) 含10 μ g以下的NH₄⁺-N样液加入试管,加蒸馏水至总量为7.2ml。

2) 加③液0.4ml,振摇混匀。

3) 加①液0.8ml,振摇混匀。

4) 加④液1.6ml,立刻盖试管塞,振摇混匀。

5) 于40℃水浴30分钟。

6) 于636nm处比色。颜色可稳定几小时。

标准曲线

取NH₄⁺-N 10ppm标准溶液0~1000

μl分别装入试管,加蒸馏水至总量为7.2 ml,然后按上述第二步以后操作、用1厘米比色杯时,1ppm吸光度大致为1.0,标准曲线几乎成直线。

3. 磷酸根分析 钼锑抗法

该法灵敏度高,显色稳定,操作简单。

试剂

①原液:钼酸铵6g溶于125ml蒸馏水中,另取酒石酸锑钾0.291g溶于50ml蒸馏水中,上述二液混合,再加入5N H_2SO_4 500ml,用蒸馏水定容1000ml。放入棕色瓶保存于低温暗处。

②稀释液:1.06g抗坏血酸溶于200ml①液中。可在24小时内使用(在棕色瓶内冷藏可用数日)。

操作

1) 样液(含 P_2O_5 在40μg以下)加入试管,加蒸馏水至10ml。

2) 加②液1ml混匀。

3) 出现蓝色,在880 (~840) nm处比色。

标准曲线

取 P_2O_5 10ppm标准溶液0~4ml分别加入试管,与样液同样操作。用1厘米比色杯时,4ppm吸光度大致为1.0,标准曲线大体上成直线。

4. 钾、钠分析 火焰光度法

试剂

①钾标准原液:KCl 1.907g溶于蒸馏水,继之定容为1000ml,该液含K1000 ppm。

②钾标准溶液:准确地用蒸馏水稀释①液,配制系列标准溶液。

③钠标准原液:NaCl 2.541g溶于蒸馏水,继之定容为1000ml,该液含Na1000 ppm。

④钠标准溶液:准确地用蒸馏水稀释

③液,配制系列标准溶液。

操作

1) 取样液加入试管,按需要用蒸馏水准确地稀释摇匀。10ml左右,操作方便。

2) 用火焰光度法分析, K在7665 \AA 、Na在5890 \AA 附近测出辉线。不同型号仪器,其详细操作有所不同。

5. 钙、镁分析,原子吸收分光光度法

试剂

①钙标准原液: $CaCO_3$ 2.497g用少量盐酸溶解,加蒸馏水稀释定容为1000 ml。该液含Ca1000ppm。

②镁标准原液: $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 10.135g溶于蒸馏水,继之定容为1000ml。该液含Mg1000ppm。

③氯化钬溶液: $LaCl_3$ 15.1g溶于蒸馏水,继之定容为100ml。

④钙标准溶液:用蒸馏水准确地稀释①液,配制系列标准溶液。各加1%体积的③液,摇匀。

⑤镁标准溶液:用蒸馏水准确地稀释②液,配制系列标准溶液,各加1%体积的③液,摇匀。

操作

1) 取适量样液加入试管,按需要用蒸馏水准确地稀释。10ml左右操作方便。

2) 加稀释水量的1%体积的③液,摇匀。

3) 以④或⑤液为标准,根据4227 \AA (Ca) 或2852 \AA (Mg) 的检出线,用原子吸收分光光度计分析。

6. 硫酸根分析 钡置换DMS—Ⅲ比色法

原理

DMS—Ⅲ在广泛的PH范围内与Ba起反应,呈现直线性的天蓝色。Ba与样液中存在的 SO_4 起反应,所剩余Ba量用

DMS—Ⅲ来测定。用阳离子交换树脂除去干扰阳离子。磷酸保证降低PH而不与Ba反应。

试剂与微型层析柱

①钡原液： $\text{BaCl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.611g溶于蒸馏水，继之定容为500ml(5mM溶液)，用于配制④液。

②氯(代)乙酸溶液：三氯乙酸96.7g溶于蒸馏水，继之定容至500ml(1M溶液)。用于配制④液。

③氢氧化钠溶液： NaOH 20g溶于蒸馏水，继之定容至500ml(1M溶液)。用于配制④液。

④钡缓冲溶液：400ml乙醇，5ml①液，20ml②液，10ml③液加蒸馏水至500ml。

⑤DMS—Ⅲ溶液：0.190gDMS—Ⅲ，溶于蒸馏水，续之定容至500ml。

⑥微型层析柱：容积5ml左右微层析柱(5ml自动吸移管上交换用塑料滴头等)中装2ml左右的阳离子交换树脂、用盐酸制成H型，用蒸馏水充分冲洗。所用树脂的粒径为，当止住水滴下时也不让空气进入树脂层。大约处理过20次样液，微型层析柱须再生，可反复使用。为使再生，用6N HCl 1ml分5次滴下，然后用5ml蒸馏水冲洗5次。

操作

1) 在试管上部装置的微型层析柱滴下的样液不超过1ml(SO_4 10~40 μg 左右)，滴下的蒸馏水使试管内的总液量为1ml。

2) 层析柱内的水滴完，滴下1ml蒸馏水，重复3次。试管中合计有4ml溶液。

3) 取除微型层析柱，加④液5ml，振摇混匀，静止30分钟以上。

4) 加⑤液1ml，振摇混匀，于658nm处比色。到比色的时间最好固定。

标准曲线

使用 SO_4 标准溶液1ml以下(SO_4 50 μg 以下)按操作步骤进行。因这种方法是测定与 SO_4 反应所剩余的Ba，故标准曲线与一般标准曲线的斜率相反。

7. 氯离子分析 硫氰酸汞法

可以测定20~0.1ppm低浓度样液，也可直接比色测定酸性样液。若样液含有汞废液，则测定有困难。Br、I、 S_2O_3 、 NO_2 有干扰。须注意有相当量的 NO_2 存在。若样液含Cl浓度高，可用滴定法测定。

试剂

①硫氰酸汞溶液：0.3g Hg(SCN)₂溶于95%乙醇100ml。用棕色瓶保存于低温暗处。

②铁明矾溶液：6g $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 溶于6N HNO₃ 100ml中。

③氯离子标准溶液： KCl 在400~600℃下烘干，在干燥器中冷却。称0.2103g溶于蒸馏水，继之定容1000ml。该溶液Cl为100ppm。

操作

1) 取样液少于5ml(含Cl不超过100 μg)加入试管，加蒸馏水至总量为5ml。

2) 加①液0.5ml，振摇混匀。

3) 加②液1ml，摇匀。于460nm处比色。颜色稳定几小时。

标准曲线

③液0~2ml分别加入试管，按操作步骤进行。

标准曲线不呈直线。

8. PH测定 玻璃电极法

按一般水溶液试样测定PH。因保护地内土壤溶液浓度高，容易测定。但须注意：从土壤中分离采得样液，要考虑溶存 CO_2 等变化，所测得PH值，不一定是原来土壤中的PH值。

徐华根据伊藤纯雄(1984)：农业及园艺，59(8)，1081~1083译出