

用丘林法测定土壤有机质含量 不同加热方式的研究

路 志 贤

(黑龙江省农科院牡丹江农科所)

一、试 验 目 的

土壤有机质的含量一般通过测定有机碳来计算,最常用的方法是“重铬酸钾——硫酸氧化法”。我们为探讨不同加热方式,对测定结果的影响,以“油浴试管加热法”作为基准,与油浴、烘箱、砂浴、电热板等加热方法进行对比试验。验证烘箱加热法测定土壤有机质能否与油浴试管加热法相一致,是否适合大批样品的分析。

二、试 验 方 法

1. 油浴试管加热法 (简称油浴法)

精确称取样品 0.1~0.5 克(根据所含有机质而定),放入干燥的 25×200 毫米硬质试管中,用滴定管准确加入 0.4N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ~1:1 H_2SO_4 溶液 10 毫升,在瓶口加小漏斗,将试管(10 支)插入铁试管架上,放入温度 180~190℃ 的油浴锅中,此时油浴温度保持在 170~180℃,使内容物沸腾时开始计时间,煮沸 5 分钟取出。试管稍冷擦净试管外部油液,冷却后将试管内容物洗入 200 毫升三角瓶中,使瓶内溶液的总体积在 60~70 毫升,然后加邻啡罗啉指示剂 3~5 滴,用 0.2N 硫酸亚铁溶液滴定。在测定样品同时,做两个空白试验,取其平均值,用灼烧土代替样品,其它操作同样品。

2. 烘箱加热法 (简称烘箱法)

准确称取样品 0.1~0.5 克,放入 100~200 毫升三角瓶中,用滴定管准确加入 0.4N $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ~1:1 H_2SO_4 溶液 10 毫升,轻轻摇动使土样分散,在瓶口放一小漏斗,将三角瓶置于预热到 190~195℃ 的烘箱转盘上(100 毫升三角瓶可放入 30 个,200 毫升三角瓶可放入 18 个)加热,此时,烘箱内温度下降至 140~160℃,但以后温度须控制在 170~180℃。使内容物沸腾时开始计算时间,煮沸 5 分钟取出,冷却后用蒸馏水冲洗小漏斗内外和瓶壁,然后加邻啡罗啉指示剂 3~5 滴,用 0.2N 硫酸亚铁标准溶液滴定。每次加热测定时做两个空白试验,取其平均值。

3. 电砂浴、电热板加热法 (简称电砂浴法、电热板法)

具体操作同烘箱法。只是将盛有样品和试剂的三角瓶(4~6 个)置于电砂浴或电热板进行加热。

三、试验结果与分析

1. 同一样品不同加热方法测定有机质结果

五种不同加热方法,各测定了两个样品(有机质含量 2.12% 和 5.33%),测定结果列于表 1 和表 2。

表 1 不同加热方法有机质测定结果

项 目 方 法	样品号	加热次数	测定次数	平 均 值(%)	平 均 偏 差	相对偏差(%)
油 浴 法	79-714	2	16	2.12	0.023	1.09
	79-903	2	15	5.33	0.039	0.73
烘 箱 法 100CC 三角瓶	79-714	1	26	2.12	0.024	1.13
	79-903	1	26	5.34	0.036	0.67
烘 箱 法 200CC 三角瓶	79-714	2	32	2.18	0.027	0.96
	79-903	1	16	5.31	0.040	0.75
电 砂 浴 法	79-714	2	11	2.20	0.036	1.64
	79-903	2	10	5.43	0.043	0.79
电 热 板 法	79-714	2	10	2.19	0.025	1.14
	79-903	2	10	5.43	0.054	1.00

从表 1 看到,无论哪一种方法其测定结果相对偏差都不超过 2%,这五种方法测定同一样品时,产生的偏差,都在允许偏差范围内(有机质含量低于 2% 者,绝对偏差不得超过 0.05 有机质含量在 2% 以上者相对偏差不得超过 0.05)。试验结果证明,用五种方法测定土壤有机质均有效。但其精确度是有差异的。

表 2 不同加热方法测定结果统计

样 品 号 方 法	项 目 加 热 次 数	测定次数 (n)	测 定 结 果* $\bar{x} \pm t(P \cdot 5) \frac{S}{\sqrt{n}}$	标 准 偏 差	平均值标准偏差
80-714		实测样品 0.3 克			
油 浴 法	2	16	2.12 ± 0.017	0.031	0.008
烘箱 100CC 三角瓶	1	26	2.12 ± 0.012	0.031	0.006
烘箱 200CC 三角瓶	2	32	2.18 ± 0.010	0.027	0.005
电 砂 浴 法	2	11	2.20 ± 0.029	0.042	0.013
电 热 板 法	2	10	2.19 ± 0.032	0.032	0.010
80-903		实测样品 0.2 克			
油 浴 法	2	16	5.33 ± 0.026	0.046	0.012
烘箱 100CC 三角瓶	1	26	5.34 ± 0.019	0.048	0.009
烘箱 200CC 三角瓶	1	16	5.34 ± 0.026	0.048	0.012
电 砂 浴 法	2	10	5.43 ± 0.041	0.056	0.018
电 热 板 法	2	10	5.43 ± 0.045	0.064	0.020

* \bar{x} 为平均值 $t(P \cdot 5)$ 为置信因子,置信度 $P = 0.95$, 自由度 $= n - 1$, $\pm t(P \cdot 5) \frac{S}{\sqrt{n}}$ 为置信界限。

从表 2 看出, 两个样品以五种方法测定结果的平均值来看, 砂浴法和电热板法, 比油浴法偏高, 而烘箱法却与油浴法一致。从精密度上看, 烘箱法同油浴法相比较其标准偏差相同或接近, 而电砂浴法, 电热板法大于油浴法相差大者可达 0.011 和 0.018。可见, 烘箱法单次测定结果的精密度达到了油浴法的要求, 其余两方法较差。电砂浴法, 电热板法所求得的均数标准差和置信界限, 大于油浴法。而烘箱法所求得的均数标准差和置信界限都等于或小于油浴法。说明, 以烘箱法所求得土壤有机质的平均值波动性小, 代表性不仅好于电砂浴法和电热板法, 甚至好于油浴法。

综上所述, 烘箱法测定结果的精确度好于油浴法和其它两种方法。其主要原因: ①在烘箱内转盘上加热, 操作方便, 温度易控制加热均匀。②烘箱法单次测定次数多于其它方法。比如, 烘箱法一次加热 18~30 个单次, 油浴法 10~12 单次, 电砂浴法和电热板法更少 (只能测 4~6 个单次)。③烘箱法用三角瓶加热, 在操作过程中, 省去了冲洗试管内容物的步骤, 加快了分析速度, 减少了产生误差的机会, 提高了分析质量。

2. 四种加热方法对不同土壤有机质含量的测定效果

为了进一步了解四种方法测定土壤有机质含量范围, 我们进行了有机质不同含量不同方法的测定试验, 结果列于表 3。

表 3 不同含量样品不同加热方法测定有机质结果比较

项目 样品号	及方法 实测样重(克)	加 热 方 法				绝 对 差	相 对 差 (%)
		油浴法	烘箱法	电砂浴	电热板		
80-984	0.5	0.57	0.60	0.61	0.58	0.015	2.5
79-714	0.3	2.12	2.13	2.20	2.19	0.035	1.6
79-903	0.2	5.29	5.33	5.43	5.55	0.040	0.8
80-435	0.1	7.34	7.33	7.72	7.49	0.135	1.8
80-618	0.1	15.29	15.29	15.28	15.33	0.045	0.3
平 均		6.12	6.13	6.27	6.24		

注: 测定数据均为两次以上重复的平均值。

从表 3 看出, 有机质含量 0.57~15.29% 范围的 5 个不同样品中, 以烘箱法测定结果的平均值与油浴法接近, 而电砂浴法和电热板法的测定结果偏高。有机质含量低于 2% 者, 绝对偏差不得超过 0.02%, 土壤有机质含量高于 2% 者相对偏差也不超过 2%。经统计分析, 差异并不显著。统计分析结果如表 4。

表 4 不同方法测定结果变量分析

变 异 原 因	平 方 和	自 由 度	变 量	F
方 法 间 变 异	0.0796	3	0.0265	0.0012
样 品 间 变 异	273.8682	4	68.4671	
机 误	260.1837	12	21.6820	
总 变 异	534.1316	19		

$$F_{12}^3(0.05) = 3.49$$

统计分析表明,四种方法之间的变量为 0.0265, F 值 0.0012 小于 $P0.05$ 的理论 F 值 3.49。证明四种方法间差异不显著,都可通用。但是,烘箱法与油浴法之间测定结果趋于一致,精确度和测定效率均好于其它方法。

3. 烘箱加热法的应用

我们于 1964 年采用烘箱法测定土壤有机质,已有十多年的时间。在此期间,烘箱内壁只涂银粉一次,烘箱加热测定有机碳对箱体损坏并不严重。

烘箱法测定土壤有机质结果再现性也是很好的。如 1979 年我省兰西县土壤普查中,以烘箱法测定土壤有机质,其结果与 1981 年复查结果一致如表 5。

从表 5 看出 1979 年,分 9 批测定 25 个样品的测定结果与 1981 年一批测定结果,其相对偏差只有一个样品超过 5%,其余均小于 5%。两年测定结果之间 t 值为 0.06,小于 $P0.05$ 的理论 t 值 2.064,差异不显著。证明烘箱加热法再现性良好。

表 5 烘箱法测定有机质两年测定结果比较

样 品 号	年 份 项 目	1979 年		1981 年		绝 对 差	相 对 差 %
		测定日期	有 机 质 % (x_1)	测定日期	有 机 质 % (x_2)		
79 普-18		17/9	3.55	18/4	3.50	0.05	1.4
79 普-27		"	3.46	"	3.50	-0.04	1.2
79 普-54		"	4.17	"	4.07	0.10	2.4
79 普-81		18/9	4.45	"	4.36	0.09	2.0
79 普-178		20/9	3.39	"	3.31	0.08	2.4
79 普-135		24/9	3.67	"	3.57	0.10	2.8
79 普-144		"	2.88	"	2.76	0.12	4.3
79 普-162		"	3.20	"	3.30	-0.10	3.1
79 普-171		25/9	3.27	"	3.19	0.08	2.5
79 普-180		"	3.00	"	3.18	-0.18	5.8
79 普-189		"	3.73	"	3.65	0.08	2.2
79 普-207		27/9	3.42	"	3.34	0.08	2.4
79 普-216		"	3.45	"	3.39	0.06	1.8
79 普-225		8/10	3.10	"	3.11	-0.01	0.3
79 普-234		"	3.35	"	3.42	-0.07	2.1
79 普-243		"	4.00	"	4.04	-0.04	1.0
79 普-252		"	3.28	"	3.35	-0.07	2.1
79 普-261		"	3.40	"	3.47	-0.07	2.0
79 普-270		"	4.82	"	4.70	0.12	2.5
79 普-279		"	3.15	"	3.20	-0.05	1.6
79 普-297		9/10	3.41	"	3.48	-0.07	2.0

续表

79 普-315	10/10	3.28	18/4	3.35	-0.07	2.1
79 普-324	"	3.53	"	3.54	-0.01	0.3
79 普-333	"	3.41	"	3.46	-0.05	1.5
79 普-343	"	3.54	"	3.63	-0.09	2.5
平 均		3.516	"	3.515	0.0016	2.9

注：测定数据均为两次以上重复的平均值。

四、结 语

用油浴、烘箱、电砂浴、电热板加热法，对不同样品进行土壤有机质含量测定认为：四种方法之间差异不显著，各种方法的绝对偏差和相对偏差均达到允许偏差范围内，可以通用。但从精确度与测定效率比较，烘箱法与油浴法测定结果趋于一致，在某种程度上，烘箱法的精确度和测定效率好于油浴法。

烘箱加热法：是用三角瓶在烘箱内转盘上进行加热，一次可测定 18~30 单次，比其它方法提高效率 3~4 倍，温度加热均匀，容易控制，省去了冲洗试管内容物的步骤，既加快了分析速度，又减少了产生误差的机会，提高了分析质量，并精确度较好，操作方便，适用于测定大批样品。

我们是怎样用防杂保纯 “三圃”繁殖原种的*

寇庆德 朱秉贤

(安达县农业科学研究所)

我们在良种繁殖工作中，多年来遇到最易发生、最难解决的技术问题就是良种的混杂。为此，我们在 1973~1974 年，首先对“两杂”部分亲本繁殖的农艺程序进行了研究和探索，1975 年又对全场六大作物计十二个品种（品系）全面开展了防杂保纯的“三圃”建设。到 1978 年基本解决了良种混杂这个老大难问题，当年全场原种繁殖面积 1839 亩，占总耕地面积的 84.7%，占良种繁殖总面积的 93%。上交国家良种 43 万斤，占粮食总产量的 90%，其中原种为 40 万斤，占上交良种总数的 93%。现将这段原种繁育的

技术工作总结如下：

一、防杂保纯“三圃”农艺的提出

我们在良种繁殖过程中，曾沿用以连续混合选种为基础的简单数量增殖法。即每年在田间条件下，按表现型选择一定数量优良单株进行混合繁殖，而往往混有遗传低劣和天然杂交的不稳定后代。同时由于选择工作人员多、眼杂，标准不一，所以常常以假当真，反而加剧了良种的混杂程度。这种选种

* 参加部分工作的有代国荣、武秀英、陈天白、冯纯金和王绍恒等同志。