

土壤挥发性氨测定方法的研究 —沸石测定法

姚 敏

(黑龙江省农业科学院牡丹江农科所)

目前在研究土壤氮素转化移动规律时,土壤挥发性氨的常规测定方法有两种:一是用聚胺酯泡沫塑料作为吸收载体,磷酸——甘油溶液作为吸收剂,测定土壤氨的挥发损失量;二是用硼酸溶液作为氨的吸收剂,测定土壤挥发性氨量。这两种方法虽然简便易做,但是,在研究试验基点的成批样品带回室内化验分析,一是不方便,二是在运输途中容易失氨,分析结果不准。为此,研究白浆土氮素转化移动规律时,研究了既携带方便,又吸氨牢固,易脱氨的吸收载体的筛选工作。据试验结果证明,沸石是比较理想的氨的吸收载体,可用来测定土壤挥发性氨。

一、试验方法原理

沸石是非金属矿物,是一种含水的碱或碱土金属的硅酸盐。它具有较大的表面,较强的吸氨能力和较高的盐基代换能力。我们主要利用这一理化特性,把它作为吸氨的载体剂,吸收土壤中挥发的氨,然后加40%的氢氧化钠,通过蒸馏置换出氨气,用硼酸吸收,盐酸滴定氨量。

二、试剂的配制

1. 40%氢氧化钠溶液:称取工业用固体氢氧化钠400克,加水溶解,不断搅拌(防止烧杯底部固结),再稀释至1000毫升,贮于内部涂有石蜡的玻璃瓶或塑料瓶中。

2. 2%硼酸溶液:称取20克硼酸,用

蒸馏水(约60℃)溶解,冷却后稀释至1000毫升,最后用稀盐酸或稀氢氧化钠调pH至4.5(定氮混合指示剂显淡红色即可)。

3. 定氮混合指示剂:分别称取0.1克甲基红和0.5克溴甲酚绿指示剂,放入玻璃研钵中并用100毫升95%酒精研磨溶解。此液用稀盐酸或稀氢氧化钠调pH4.5。

4. 0.02N盐酸标准溶液:取浓盐酸(比重1.19)1.67毫升,用蒸馏水稀释至1000毫升,然后用标准碱或硼砂标定。

5. 钠氏试剂:称氢氧化钾134克,溶解于460毫升蒸馏水中,为第一溶液。另称碘化钾20克,溶于50毫升蒸馏水中,加碘化汞使溶液至饱和状态(大约32克左右)为第二溶液。然后将两溶液混合而成。

三、操作方法

用两张直径5—9厘米的滤纸糊成园型滤纸袋,将经50℃烘6小时,过100目筛的沸石20克装入滤纸袋中,用浆糊把纸口封闭,晾干,然后把它放在施肥部位上或其它研究部位上紧贴于土壤表面,再用直径9—15厘米的玻璃杯扣在地面上,杯口周围用土压实,防止氨从杯口逸出。根据研究目的,隔一段时间取出沸石袋,带回室内进行分析。

四、沸石法的分析步骤

1. 根据研究目的,隔不同时间取出已吸

氨的沸石袋带回室内,清除滤纸表面附着的泥土,把已吸氨的沸石倒在硫酸纸上拌匀,准确称取200克倒入凯氏瓶中,加蒸馏水40毫升,加液体石蜡2毫升,然后缓缓加入40%氢氧化钠25毫升,使溶液成两层。另取有2%硼酸25毫升的三角瓶(加定氮混合指示剂1—2滴),用缓冲管接在冷凝管下端,缓冲管的下端应插在三角瓶内硼酸液中,以免失氨。

2. 打开螺丝夹,通入蒸气,随后摇动凯氏瓶内的溶液,使其混合均匀,通入自来水冷凝,用螺丝夹调节蒸气流速,使其一致。蒸馏15分钟左右,检查蒸馏是否完全。检查方法:取下缓冲管,在下端取2—3滴蒸出液于白瓷板上,加纳氏试剂1滴,如无黄色,表示无氨,有黄色需继续蒸至检查无色为止,然后取下,用0.01N盐酸滴定至蓝色变淡粉红色,记下盐酸用量,同时做空白试验。

3. 结果计算

$$\text{NH}_3\% = \frac{(V - V_0) \times N \times 0.017 \times 100}{\text{样品重}}$$

V——滴定时HCl毫升数

V_0 ——空白HCl滴定毫升数

N——盐酸当量浓度

0.017—— NH_3 毫克当量重

100——为换算百分数

五、结果与分析

为筛选吸氨载体剂,用沸石、活性炭、硼酸作为试材进行了吸氨能力、吸氨牢固性的测定,与此同时,沸石吸氨与硼酸吸氨效果在田间进行对比试验,得到满意的结果。现将其结果归纳如下:

1. 沸石、活性炭、硼酸的吸氨量

为测定沸石、活性炭、硼酸的吸氨量,在扩散皿的内室中分别放入5克沸石、5克活性炭,外室中注入25%氨水20毫升,立即盖严,硼酸则外室中放入2%硼酸40毫升,内室中注入25%氨水1毫升,立即盖

严,在常温下吸氨1小时,然后揭开盖子,吹散剩余氨取样分析。试验作四次重复。从试验结果表明,沸石的吸氨能力最强,平均每百克吸氨 0.547 ± 0.02 克,比硼酸和活性炭分别大2倍和3倍(表1)。

表1 沸石、硼酸、活性炭的吸氨量

重 复	沸 石 (克/100克)	活 性 炭 (克/100克)	硼 酸 (克/100毫升)
I	0.566	0.136	0.163
II	0.552	0.136	0.193
III	0.552	0.136	0.191
IV	0.518	0.142	0.189
\bar{X}	0.547	0.138	0.184
S	$S_1 = \pm 0.020$	$S_2 = \pm 0.003$	$S_3 = \pm 0.014$
F	$S_1^2 = 44.4^{**}$ $S_2^2 =$	$S_1^2 =$ $S_2^2 = 21.8^{**}$	

2. 沸石与活性炭吸氨牢固性比较

据吸氨后放置不同时间测定氨量表明,活性炭吸氨的稳定性不如沸石。如放置46小时后活性炭吸氨量逐渐降低,到142小时后,每100克活性炭中仅含有0.0267克氨,较放置22小时的相对降低74.5%,而沸石则比较稳定,到142小时,每100克沸石中含氨0.5605克,较放置22小时的相对降低3.7%,经19天后仍含氨0.5362克,相对降低7.89%。由此可知,沸石吸氨稳定性是较好的。利用沸石的这一特性,在农村基点上测定土壤挥发性氨后带回室内分析或所内田间测定后暂不能马上分析,可放1—3天都不会影响试验结果。所以沸石是较理想的、携带方便的吸氨载体剂。

3. 沸石吸氨法与硼酸吸氨法田间吸氨效果

为鉴定这两种方法田间吸氨效果,用碳酸氢铵作氨源,亩用量50斤,施入耕层5厘米处,分别用沸石和2%硼酸液在田间连续吸氨114小时后,测定土壤中氨的挥发量。两方法吸氨量结果表明,2%硼酸液,每

表 2

沸石与活性炭吸氮牢固性比较

试 材	重 复	吸氮后放置不同测定时间氮量 (NH ₃ 克 100 克)				
		22小时	46小时	70小时	142小时	19天后
沸 石	1	0.5589	0.5653	0.5605	0.5605	0.5346
	2	0.5896	0.5799	0.5589	0.5605	0.5346
	3	0.5977	0.5670	0.5637	0.5605	0.5394
	$\bar{X} \pm S$	0.5821 ± 0.0204	0.5707 ± 0.0079	0.5610 ± 0.0024	0.5605 ± 0.0	0.5362 ± 0.0027
活 性 炭	1	0.1004	0.1097	0.0858	0.0275	
	2	0.1020	0.0988	0.0842	0.0267	
	3	0.1117	0.0955	0.0858	0.0259	
	$\bar{X} \pm S$	0.1047 ± 0.0061	0.1013 ± 0.0074	0.0852 ± 0.0009	0.0267 ± 0.0008	

100 毫升吸氮量为 0.32 毫克, 而沸石每 100 克吸氮 8.2 毫克, 比 2 % 硼酸吸氮量大 24.6 倍。由此可知, 硼酸吸氮法在定氮方法上虽然简便, 但吸氮后, 不便长距离携带, 更主要

的是在田间吸氮量不及沸石, 故不能客观地反映施氮肥后氮素的损失量。因此, 在研究土壤氮素的转化移动规律时, 沸石法测定土壤氮素的损失量比硼酸法更接近于客观实际 (表 3)。

表 3 沸石法与硼酸法田间吸氮效果

重 复	沸 石 法		硼 酸 法	
	吸氮量 (毫克 100 克)	标准偏差 (S ₂)	吸氮量 (毫克 100 克)	标准偏差 (S ₁)
1	8.4	± 0.173	0.3	± 0.040
2	8.1		0.3	
3	8.1		0.37	
\bar{X}	8.2		0.32	
F	$\frac{S_2^2}{S_1^2} = 18.71^{**}$			

六、小结

沸石是既携带方便, 又吸氮牢固, 易脱氮的比较理想的吸氮载体剂, 它比硼酸、活性炭或其它吸氮剂能客观地反映田间土壤氮素的损失量。因此, 沸石法是研究土壤氮素损失量的较理想的分析方法。

大庆市蔬菜及菜田 农药残留量的初步探讨

崔太兴 孙旭 张士民

(大庆市蔬菜公司)

自从化学农药投入使用以来, 人们十分注重防治效果, 却很少注意对生态环境的影响。高残留农药的大量使用, 对生态平衡及环境的影响日趋严重。化学性质稳定的六六

六、DDT 的污染非常严重, 不但在粮食作物中有农药残留, 而且在蔬菜作物中也有化学农药残留。我国从 1974 年开始, 禁止六六六、DDT 在瓜、果、蔬菜、茶叶、烟草

注: 本文化验数据由中国农科院植保所、北京市农科院环保所化验室完成, 表示感谢。

参加工作还有潘红霞、匡荣珍、马成贵、刘福山等同志。