

用几种方法提取趋势产量, 结果表明, 五年滑动平均相对较好。但是, 滑动平均受极端值的影响较大, 遇到大丰, 大欠时, 对滑动区间年份的趋势产量有较大的影响, 从而削弱了气象条件的作用。故此, 提取趋势产量的最佳方法有待于进一步的探讨。

2. 本文作为北安市小麦产量预报方法的

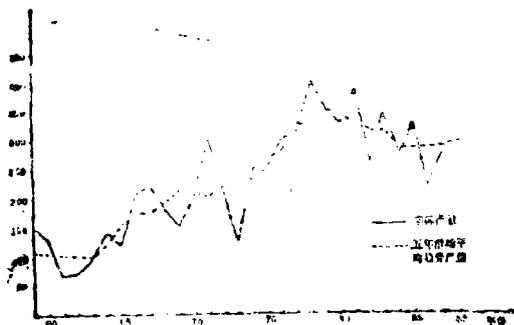


图1 五年滑动平均趋势产量

初步探讨, 只进行了多元回归模式, 逐步回归模式及二次式逐段回归模式的比较, 并认为二次式逐段回归优于其他两种方法。

3. 我们使用的北安市小麦产量是不包括国营农场的, 种植面积不是很大, 因此产量稳定性不好。

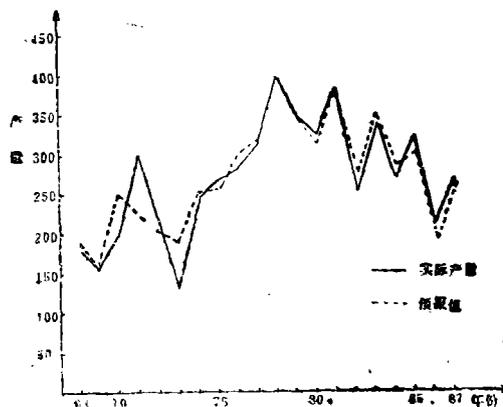


图2 预报值和实际产量的拟合曲线

参考文献

- [1] 冯定原等, 几种产量资料处理方法的比较, 气象出版社, 1983
- [2] 魏淑秋, 农业气象统计, 福建科学出版社, 1985

土壤全钾标准分析方法研究

张汝英 常 珊 陈鲁娜

(黑龙江省农科院综合化验室)

一、前言

土壤全钾分析方法虽然有不少报导, 但作为土壤全钾的标准分析方法, 目前世界上很少有国家制定。为了制定能适应我国土壤全钾测定的标准分析方法, 根据农牧渔业部 84 农(科)字 91 号文件, 由四川农科院中

心实验室主持, 同我室和中国农科院分析室、陕西农科院共同协作, 重点对几种分析方法进行对比分析条件的选择, 从而制定出我国土壤全钾标准分析方法。

二、试验材料和方法

从全国 12 个省市自治区采集了不同类

表1

供 试 土 样

编 号	名 称	采集地点	编 号	名 称	采集地点	备 注
1	黑土	黑龙江北安	11	旱地土	江苏	
2	碳酸盐草甸土	黑龙江	12	冲积土	四川郫县	
3	潮土	山东黄安	13	紫色土	四川简阳	
4	棕壤土	山东胶县	14	黄泥	四川夹江	
5	熟红土	湖南长沙	15	白浆土	吉林通化	
6	红黄泥	湖南长沙	16	砖红壤	广东湛江	
7	壤土	陕西武功	17	水稻土	浙江杭州	
8	褐土	北京昌平	GSS-2	栗钙土	内蒙四子王旗	标准参考
9	潮土化褐土	北京昌平	GSS-4	石灰岩土	广西宜山	标准参考
10	水稻土	江 苏	GSS-6	黄色红壤	广西阳春	标准参考

型的土壤样品 17 个和 3 个地质矿产部地球化学标准参考样, 编号列于表 1。采取氢氟酸法、碳酸钠熔融法、氢氧化钠熔融法三种方法对土壤全钾进行分析。

三、结果分析

(一) 溶 (熔) 样条件的选择

1. 氢氟酸法

表 2

HF 不同加入量测定结果

(K%)

样 号	HF量			3ml				5ml				10ml			
	重复	1	2	3	平均	1	2	3	平均	1	2	3	平均		
1		2.05	2.05	2.05	2.05	2.05	2.05	2.05	2.05	2.05	2.05	2.05	2.05		
6		1.34	1.34	1.34	1.34	1.34	1.34	1.34	1.34	1.34	1.34	1.34	1.34		
8		1.89	1.89	1.89	1.89	1.89	1.89	1.89	1.89	1.89	1.89	1.89	1.89		

表 3

HF 不同加入次数试验结果

(K%)

加 入 次 数	样号			1				6				8			
	重复次数	1	2	3	平均	1	2	3	平均	1	2	3	平均		
10ml一次加		2.05	2.05	2.05	2.05	1.34	1.34	1.34	1.34	1.89	1.89	1.89	1.89		
10ml二次加		2.05	2.05	2.05	2.05	1.34	1.34	1.34	1.34	1.89	1.89	1.89	1.89		

由表 3 可见 HF 一次加入和分次加入对结果无影响。

HNO₃ 用量 硝酸加入量直接影响有机质的分解, 为了选择硝酸的适宜用量, 选用

了有机质含量不同的四个土壤样品, 同一样品分别加入硝酸 3 毫升、5 毫升、10 毫升, 其余测定步骤同上 (见表 4)。

表 4 表明硝酸三种不同加入量测定结果

表 4 硝酸不同加入量试验结果 (K%)

HNO ₃ 量 平行 样号	3ml				5ml				10ml				有机质 含量%	
	1	2	3	平均	1	2	3	平均	1	2	3	平均		
A	2.11	2.11	2.11	2.11	2.11	2.11	2.11	2.11	2.11	2.11	2.11	2.11	2.11	2.00
B	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	5.31
C	2.12	2.12	2.12	2.12	12.2	2.12	2.12	2.12	2.12	2.12	2.12	2.12	2.12	10.53
D	1.84	1.84	1.84	1.84	1.84	1.84	1.84	1.84	1.84	1.84	1.84	1.84	1.84	16.25

没差异, 故在称样量 0.1 克时加 3 毫升即可。

2. 氢氧化钠熔(溶)样法

熔样温度 为选择最佳熔样温度, 用同一样品分别在 600℃、720℃、800℃熔融 15

分钟, 测得结果见表 5。

表 5 可见三种熔样温度测定结果差异不明显, 绝对差值在 0.05(K%) 以内。故熔样温度选择 720℃。

表 5 不同熔样温度试验结果 (K%)

样号 平行	600℃				720℃				800℃				
	1	2	3	平均	1	2	3	平均	1	2	3	平均	
1	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
6	1.33	1.33	1.33	1.33	1.33	1.33	1.33	1.33	1.28	1.28	1.28	1.28	1.28
8	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83

熔样时间 用同一土壤样品, 在 720℃ 下分别熔融 15 分钟、30 分钟、45 分钟测定钾含量, 结果列于表 6。

从表 6 可知三种处理结果基本一致, 其绝对差值在 0.05(K%) 以内, 故在 720℃ 下熔样时间 15 分钟即可。

表 6 不同加温时间试验结果 (K%)

样号 平行	15分钟				30分钟				45分钟			
	1	2	3	平均	1	2	3	平均	1	2	3	平均
1	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	1.96	2.00	2.00	1.99
6	1.33	1.33	1.33	1.33	1.28	1.28	1.28	1.28	1.28	1.28	1.28	1.28
8	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83	1.83

(二) 熔(溶)样方法的选择

同一批样品分别用碳酸钠熔融法、氢氧化钠熔融法、氢氟酸法进行熔融和消解, 用火焰光度法测定钾, 结果列入表 7。经相关

系数显著性检验, $r = 0.9998 > 0.661(0.01) > 0.532(0.05)$, $r = 0.9894 > 0.661 > 0.532(0.05)$ 三种熔(溶)样方法测定结果基本一致。其方法相关性极显著。氢氟酸法和氢氧化钠法样品测定值均达碳酸钠法的 98.7% 以上。

表 7

熔(溶)样方法对比试验结果

(K%)

方法 K 含量 样号	Na ₂ CO ₃ 法				HF 法				NaOH法			
	n	\bar{X}	S	O.V%	n	\bar{X}	S	O.V%	n	\bar{X}	S	O.V%
1	8	2.05	0	0	9	2.05	0	0	9	2.00	0	0
2	8	2.16	0	0	9	2.16	0	0	9	2.15	0.02	0.94
3	8	1.96	0	0	9	1.94	0	0	9	1.90	0.018	0.97
4	8	1.70	0	0	9	1.67	0	0	9	1.61	0.007	0.44
5	8	1.34	0	0	9	1.38	0.017	1.23	9	1.33	0.016	1.19
6	8	1.34	0	0	9	1.34	0	0	9	1.34	0	0
7	8	1.83	0	0	9	2.16	0.014	0.65	9	2.17	0.02	0.94
8	8	1.83	0	0	9	1.89	0	0	9	1.83	0	0
9	8	1.89	0	0	9	1.90	0.023	1.21	9	1.90	0.017	0.91
10	8	1.67	0	0	9	1.67	0.014	0.85	9	1.65	0.023	1.39
11	8	1.44	0	0	9	1.40	0.022	1.58	9	1.43	0.021	1.48
12	8	2.17	0	0	9	2.28	0.025	1.11	9	2.25	0.020	0.89
13	8	2.23	0	0	9	2.25	0	0	9	2.24	0	0
14	8	0.98	0	0	9	1.00	0	0	9	0.92	0.017	0.77
15	8	2.05	0	0	9	2.05	0	0	9	2.12	0	0
16	8	0.23	0	0	9	0.23	0	0	9	0.20	0	0
17	8	1.61	0	0	9	1.61	0	0	9	1.56	0	0

(三) 熔(溶)样法的性能

1. 精密度 用三种熔(溶)样方法对 14 个土壤样品做了三次以上的重复测定, 计算其标准差和变异系数结果见表 7。从表 7 可得出碳酸钠法三次重复测定结果无差异、氢氟酸法标准差小于 0.025, 变异系数小于 1.48%、氢氧化钠法标准差小于 0.023, 变异系数小于 1.39% 三种熔(溶)样法都具有较好的精密度。

2. 准确度 用三种熔(溶)样方法对三个标准参考样进行了样品分解, 测定结果列于表 8。

从表 8 看出测定值的差异均在一个标准差内(此标准差是制订标准样时进行标准值统计的标准差)。因此可认为三种熔(溶)样

表 8 土壤标准参考样全钾测定值

(K%)

方 法	样 号	GSS-2	GSS-4	GSS-6
氢氟酸法		2.12	0.83	1.39
氢氧化钠法		2.12	0.82	1.39
碳酸钠法		2.13	0.86	1.41
标准值	标准平均值	2.11	0.86	1.41
	标准差	0.051	0.047	0.058

法都是准确的。

3. 回收率 用氢氟酸法和氢氧化钠法对 14 个土壤样品进行了标准加入法回收率试验, 结果列于表 9。由此可见两种方法的回收率均较好, 氢氟酸法平均回收率(98.9%), 略高于氢氧化钠法的平均回收率(98.1%)。

表 8

土壤全钾分析方法回收率试验结果(K)

样号	HF 法*			NaOH 法*		
	添加 mg	回收 mg	回收率 %	添加 mg	回收 mg	回收率 %
1	1.000	1.000	100.00	4.000	3.816	95.40
2	2.000	2.020	100.67	4.000	3.975	99.40
3	1.000	0.970	97.00	3.000	3.050	101.70
4	1.000	1.040	102.33	3.000	2.950	98.33
5	2.000	1.950	97.50	2.000	1.950	97.50
6	1.000	0.960	96.00	2.000	2.025	101.25
7	2.000	1.970	98.50	4.000	3.725	93.13
8	1.000	0.970	97.00	4.000	4.025	100.63
9	1.000	0.990	99.00	4.000	3.925	98.13
10	1.000	0.960	96.00	4.000	3.717	92.92
11	1.000	1.070	107.00	3.000	3.025	100.83
12	5.000	4.700	94.00	5.000	4.700	94.00
13	5.000	4.600	92.00	5.000	4.600	92.00
14	2.000	2.150	107.50	2.000	2.150	107.50
平均			98.89			98.05

※ 每个样品三次重复三次平行平均值

四、结 论

1. 氢氟酸法操作简单, 可用聚四氟乙烯坩埚代替铂坩埚, 作为国标是可行的。而碳酸钠法操作麻烦, 需铂坩埚, 做为标准方法难以推广。

2. 氢氧化钠法操作简单, 不需铂坩埚测, 定平均值达氢氟酸法的 99.5%, 所用试剂不污染环境, 目前已为国内多数农业实验室采用, 可作为补充标准法, 在大批量样品分析时应用。

3. 氢氟酸法和氢氧化钠法均具有较高的精确度和精密度。

参 考 文 献

- [1] 中国科学院南京土壤研究所: 土壤理化分析, 上海科学技术出版社, 1978
- [2] 中国土壤学会农业化学专业委员会编: 土壤农业化

学常规分析法, 科学出版社, 1983

- [3] A. L. Page et al(ed), Methods of soil Analysis, part a, ASA SSSA Inc, USA 1982
- [4] 环境监测分析方法编写组: 环境监测分析方法, 城乡建设环境保护部环境保护局, 1983

