



# 中华人民共和国国家标准

~~GB 7173-87~~

NY/T 53-87

---

## 土壤全氮测定法 (半微量开氏法)

Method for the determination  
of soil total nitrogen  
(Semi-micro Kjeldahl method)

1987-01-03发布

1987-08-01实施

---

国家标准局 批准

土壤全氮测定法  
(半微量开氏法)

Method for the determination  
of soil total nitrogen  
(Semi-micro Kjeldahl method)

本标准适用于测定土壤全氮含量。

### 1 测定原理

样品在加速剂的参与下,用浓硫酸消煮时,各种含氮有机化合物,经过复杂的高温分解反应,转化为铵态氮。碱化后蒸馏出来的氨用硼酸吸收,以酸标准溶液滴定,求出土壤全氮含量(不包括全部硝态氮)。

包括硝态和亚硝态氮的全氮测定,在样品消煮前,需先用高锰酸钾将样品中的亚硝态氮氧化为硝态氮后,再用还原铁粉使全部硝态氮还原,转化成铵态氮。

### 2 仪器、设备

- 2.1 土壤样品粉碎机;
- 2.2 玛瑙研钵;
- 2.3 土壤筛:孔径1.0mm(18目);0.25mm(60目);
- 2.4 分析天平:感量为0.0001g;
- 2.5 硬质开氏烧瓶:容积50ml,100ml;
- 2.6 半微量定氮蒸馏装置;
- 2.7 半微量滴定管:容积10ml,25ml;
- 2.8 锥形瓶:容积150ml;
- 2.9 电炉:300W变温电炉。

### 3 试剂

- 3.1 硫酸(GB 625—77):化学纯;
- 3.2 硫酸(GB 625—77)或盐酸(GB 622—77):分析纯,0.005mol/L硫酸或0.01mol/L盐酸标准溶液;
- 3.3 氢氧化钠(GB 629—81):工业用或化学纯,10mol/L氢氧化钠溶液;
- 3.4 硼酸-指示剂混合液;
  - 3.4.1 硼酸(GB 628—78):分析纯,2%溶液(W/V);
  - 3.4.2 混合指示剂:0.5g溴甲酚绿(HG 3—1220—79)和0.1g甲基红(HG 3—958—76)于玛瑙研钵中,加入少量95%乙醇,研磨至指示剂全部溶解后,加95%乙醇至100ml。使用前,每升硼酸溶液中加20ml混合指示剂,并用稀碱调节至红紫色(pH值约4.5)。此液放置时间不宜过长,如在使用过程中pH值有变化,需随时用稀酸或稀碱调节之。
- 3.5 加速剂:100g硫酸钾(HG 3—920—76,化学纯),10g五水合硫酸铜(GB 665—78,化学

纯), 1 g 硒粉 (HG 3—926—76) 于研钵中研细, 必须充分混合均匀。

3.6 高锰酸钾溶液: 25 g 高锰酸钾 (GB 643—77) 溶于 500 ml 无离子水, 贮于棕色瓶中;

3.7 1:1 硫酸;

3.8 还原铁粉: 磨细通过孔径 0.15 mm (100 目) 筛;

3.9 辛醇。

#### 4 土壤样品的制备

将通过孔径 1 mm (18 目) 筛的土样, 在牛皮纸上铺成薄层, 划分成多个小方格。用小勺于每个方格中, 取等量的土样 (总量不得少于 20 g) 于玛瑙研钵中研磨, 使之全部通过 0.25 mm 筛。混合均匀后备用。

#### 5 测定步骤

5.1 称取风干土样 (通过 0.25 mm 筛)  $1.0 \times \times \times$  g (含氮约 1 mg), 同时测定土样水分含量。

5.2 土样消煮

5.2.1 不包括硝态和亚硝态氮的消煮:

将土样送入干燥的开氏瓶底部, 加少量无离子水 (约 0.5~1 ml) 湿润土样后, 加入 2 g 加速剂和 5 ml 浓硫酸, 摇匀。将开氏瓶倾斜置于 300 W 变温电炉上, 用小火加热, 待瓶内反应缓和时 (约 10~15 min), 加强火力使消煮的土液保持微沸, 加热的部位不超过瓶中的液面, 以防瓶壁温度过高而使铵盐受热分解, 导致氮素损失。消煮的温度以硫酸蒸气在瓶颈上部 1/3 处冷凝回流为宜。待消煮液和土粒全部变为灰白稍带绿色后, 再继续消煮 1 h。消煮完毕, 冷却, 待蒸馏。在消煮土样的同时, 做两份空白测定, 除不加土样外, 其他操作皆与测定土样时相同。

5.2.2 包括硝态和亚硝态氮的消煮:

将土样送入干燥的 50 ml 开氏瓶底部, 加 1 ml 高锰酸钾溶液, 摇动开氏瓶, 缓缓加入 2 ml 1:1 硫酸, 不断转动开氏瓶, 然后放置 5 min, 再加入 1 滴辛醇。通过长颈漏斗将 0.5 g ( $\pm 0.01$ g) 还原铁粉送入开氏瓶底部, 瓶口盖上小漏斗, 转动开氏瓶, 使铁粉与酸接触, 待剧烈反应停止时 (约 5 min), 将开氏瓶置于电炉上缓缓加热 45 min (瓶内土液应保持微沸, 以不引起大量水分丢失为宜)。停火, 待开氏瓶冷却后, 通过长颈漏斗加 2 g 加速剂和 5 ml 浓硫酸, 摇匀。按 5.2.1 的步骤, 消煮至土液全部变为黄绿色, 再继续消煮 1 h。消煮完毕, 冷却, 待蒸馏。在消煮土样的同时, 做两份空白测定。

5.3 氨的蒸馏

5.3.1 蒸馏前先检查蒸馏装置是否漏气, 并通过水的馏出液将管道洗净。

5.3.2 待消煮液冷却后, 用少量无离子水将消煮液定量地全部转入蒸馏器内, 并用水洗涤开氏瓶 4~5 次 (总用水量不超过 30~35 ml)。

于 150 ml 锥形瓶中, 加入 5 ml 2% 硼酸-指示剂混合液, 放在冷凝管末端, 管口置于硼酸液面以上 3~4 cm 处。然后向蒸馏室内缓缓加入 20 ml 10 mol/L 氢氧化钠溶液, 通入蒸汽蒸馏, 待馏出液体积约 50 ml 时, 即蒸馏完毕。用少量已调节至 pH 4.5 的水洗涤冷凝管的末端。

5.3.3 用 0.005 mol/L 硫酸 (或 0.01 mol/L 盐酸) 标准溶液滴定馏出液由蓝绿色至刚变为红紫色。记录所用酸标准溶液的体积 (ml)。空白测定所用酸标准溶液的体积, 一般不得超过 0.4 ml。

#### 6 测定结果的计算

6.1 计算公式

$$\text{土壤全氮}(\%) = \frac{(V - V_0) \times C_H \times 0.014}{m} \times 100$$

式中:  $V$ ——滴定试液时所用酸标准溶液的体积, ml;

$V_0$ ——滴定空白时所用酸标准溶液的体积, ml;

$C_H$ ——酸标准溶液的浓度, mol/L;

0.014——氮原子的毫摩质量;

$m$ ——烘干土样质量, g。

**6.2** 平行测定结果, 用算术平均值表示, 保留小数点后三位。

**6.3** 平行测定结果的相差: 土壤含氮量大于0.1%时, 不得超过0.005%; 含氮0.1~0.06%时, 不得超过0.004%; 含氮小于0.06%时, 不得超过0.003%。

---

**附加说明:**

本标准由中华人民共和国农牧渔业部提出。

本标准由北京农业大学负责起草。

本标准主要起草人周斐德、邵则瑶。

中华人民共和国  
国家标准  
土壤全氮测定法  
(半微量开氏法)  
GB 7173—87

\*

中国标准出版社出版  
(北京复外三里河)

中国标准出版社北京印刷厂印刷  
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售  
版权专有 不得翻印

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6,000  
1987年6月第一版 1987年6月第一次印刷  
印数 1—2,000

\*

书号: 15169·1-4929 定价 0.26 元

\*

标目 68—43