

ICS 13.080
B 10

DB13

河北省地方标准

DB13/T 843—2007

土壤速效氮测定

2007-11-28 发布

2007-12-13 实施

河北省质量技术监督局 发布



前 言

本标准由河北省农业厅提出。

本标准起草单位：河北省土壤肥料总站。

本标准主要起草人：段霄燕、杨瑞让、吕英华、张晓峰、谢红、刘晓丽、赵立。



土壤速效氮测定

1 范围

本标准规定了土壤速效氮测定的方法原理、步骤、结果计算。

本标准适用于测定省内各类土壤速效氮含量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 试验方法

3.1 原理

土壤速效氮包括铵态氮和硝态氮。在扩散皿中，土壤在强碱性环境和硫酸亚铁存在条件下进行水解还原，使易水解态氮和硝态氮转化为氨气被硼酸溶液吸收，用标准酸滴定吸收液中的氨，根据标准酸的消耗量计算速效氮的含量。

3.2 试剂和材料

本标准所用试剂在未注明规格时，均为分析纯试剂。用水应符合 GB/T 6682 中三级水之规定。

a) NaOH 溶液， $c_{\text{e}}(\text{NaOH}) = 1.8 \text{ mol/L}$ ：称取氢氧化钠 72.0 g，用水溶解后，冷却，稀释至 1 L；

b) NaOH 溶液， $c_{\text{e}}(\text{NaOH}) = 1.2 \text{ mol/L}$ ：称取氢氧化钠 48.0 g，用水稀释至 1 L（适用于水稻土壤）；

c) 硼酸溶液，20 g/L：称取硼酸 20.00 g，用热水（约 60℃）溶解，冷却后稀释至 1 L，最后用稀氢氧化钠调节 pH 至 4.5（用酸度计调节）；

d) 定氮混合指示剂：分别称取 0.066 g 甲基红和 0.099 g 溴甲酚绿于玛瑙研钵中，加入少量 95% 乙醇，研磨至指示剂全部溶解后，加 95% 乙醇至 100 mL。此液应用稀盐酸或稀氢氧化钠调节 pH 到 4.5（用酸度计调节）；

e) 特制胶水：40 g 粉状阿拉伯胶溶于热至 70℃左右 50 mL 水中，搅拌促溶，冷却后，加入 20 mL 甘油和 20 mL 饱和碳酸钾水溶液，搅匀，放冷，贮于玻璃瓶中备用（放置在盛有浓硫酸的干燥器中除去氨）；

f) 硫酸标准滴定溶液， $c_{\text{e}}(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.0100 \text{ mol/L}$ 或盐酸标准滴定溶液， $c_{\text{e}}(\text{HCl}) = 0.0100 \text{ mol/L}$ ；配制与标定见 GB/T 601 之规定；

g) 锌-硫酸亚铁粉：将 50.0 g 硫酸亚铁磨细，通过 0.25 mm 孔径筛，与 10.0 g 锌粉混匀，贮于棕色瓶中。

3.3 仪器

a) 土壤筛：2 mm 孔径筛；

b) 分析天平：感量为 0.01 g，0.0001 g；

- c) 扩散皿：外室外径 10 cm，内室外径 4 cm；
- d) 移液管：5 mL、10 mL；
- e) 半微量酸式滴定管：5 mL；
- f) 恒温箱：工作温度 40℃±1℃。

3.4 分析步骤

3.4.1 称样

称取通过 2 mm 筛风干样品 2.00 g 和 1.0 g 锌-硫酸亚铁粉剂，均匀铺在扩散皿外室内，水平地轻轻旋转扩散皿，使样品铺平（水稻土样品则不必加入锌-硫酸亚铁）。

3.4.2 封皿

在扩散皿内室中加入 3 mL 硼酸溶液，并滴加 1 滴定氮混合指示剂，然后在皿的外室边缘涂上特制胶水，盖上毛玻璃，并旋转数次，以使毛玻璃与皿边完全粘合。

3.4.3 加碱

再慢慢转开毛玻璃的一边，使扩散皿露出一条狭缝，迅速加入 10 mL [c_2 (NaOH) = 1.8 mol/L NaOH] 溶液于皿的外室中，立即用毛玻璃盖严（水稻土样品则加入 10 mL [c_2 (NaOH) = 1.2 mol/L NaOH]）。

3.4.4 扩散

水平地轻轻旋转扩散皿，使溶液与土壤充分混匀，用橡皮筋固定，随后放入 40℃±1℃的烘箱中，24 h±0.5 h 后取出。

3.4.5 滴定

用硫酸标准滴定溶液或盐酸标准滴定溶液标准溶液滴定内室吸收液由蓝绿色变为微红色，记录标准酸消耗量。

3.4.6 对照

在样品测定同时进行空白试验。

3.5 结果计算

3.5.1 计算

土壤速效氮含量以氮的质量分数 w 计，数值以 (mg/kg) 表示，按下式计算：

$$w = \frac{(V - V_0) \times c_2 \times 14 \times 1000}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V—滴定土样消耗标准酸体积，mL；

V_0 —滴定空白消耗标准酸体积，mL；

c_2 —酸标准溶液浓度，mol/L；

m —风干样质量，g；

14—氮的摩尔质量，g/mol；

1000—每 g 换算成每 kg 质量。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，结果保留整数位。

3.5.2 允许差

平行测定结果的允许相对相差 ≤ 10%。

3.6 注意事项

3.6.1 滴定时应用玻璃棒小心搅动内室溶液（切不可摇动扩散皿），同时逐滴加入酸标液。接近终点时，用玻璃棒在滴定管尖端蘸取酸标液后再搅拌内室，以防滴过终点。

3.6.2 由于碱性胶液碱性很强，在涂胶液和恒温扩散时，必须特别细心，谨防污染内室。

3.6.3 扩散皿使用前必须彻底清洗，先用小刷去除残余后冲洗，然后浸泡清洁剂及稀盐酸中，再用自

来水冲洗，最后用蒸馏水淋之，晾干备用。
