

F-HZ-DZ-TR-0054

土壤—铵态氮的测定—扩散法

1 范围

本方法适用于土壤铵态氮的测定。

2 原理

土样置于扩散皿外室，以弱碱性氧化镁悬浮液交换吸附在土壤胶体上的铵态氮，再 40℃ 保温，释放出的铵被扩散皿内室的硼酸溶液吸收，然后用盐酸标准溶液滴定而计算铵态氮量。

3 试剂

3.1 氧化镁溶液：称取 17.0g 于 500℃~600℃ 灼烧过的氧化镁，加入 100mL 水，用时摇匀。

3.2 硼酸指示剂溶液：称取 20g 硼酸 (H_3BO_3)，溶于 1000mL 水中。使用前每 100mL 硼酸溶液中加入 2mL 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂，以稀氢氧化钠溶液或稀盐酸溶液调节溶液至紫红色 (pH4.5)，即为硼酸指示剂溶液。硼酸指示剂溶液如混合过久，将有终点不灵敏的现象发生。

3.3 碱性胶液：称取 40g 阿拉伯胶置于 100mL 烧杯中，加入 50mL 水，调匀，加热至 60℃~70℃，搅拌溶解，冷却。再加入 40mL 甘油和 20mL 饱和碳酸钾溶液，搅匀，冷却。离心除去泡沫和不溶物质，放置在盛有硫酸 ($\rho 1.84g/mL$) 的干燥器中除去氨。

3.4 盐酸标准溶液：0.01mol/L，每 1000mL 水中加入 0.9mL 盐酸 ($\rho 1.19g/mL$)，混匀。

标定：称取 0.9534g 硼砂 ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)，精确至 0.0001g，加水溶解后稀释至 500mL，得 0.0100mol/L 硼砂标准溶液。吸取 20.00mL 0.0100mol/L 硼砂标准溶液置于 100mL 锥形瓶中，加 1 滴甲基红-溴甲酚绿混合指示剂，用盐酸标准溶液滴定至溶液由蓝色变为紫红色为终点。同时做空白试验。盐酸标准溶液的浓度按下式计算：

$$C = \frac{C_1 \times V_1}{V_2 - V_0}$$

式中：

C ——盐酸标准溶液浓度，mol/L；

C_1 ——硼砂标准溶液浓度，mol/L；

V_1 ——硼砂标准溶液体积，mL；

V_2 ——盐酸标准溶液用量，mL；

V_0 ——空白试验消耗盐酸标准溶液体积，mL。

注：标定用硼砂必须保存于相对湿度 60%~70% 的空气中，以确保硼砂含有 10 个化合水，通常可在干燥器的底部放置氯化钠和蔗糖的饱和溶液（有两者的固体存在），此时干燥器中空气的相对湿度即为 60%~70%。

3.5 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂：称取 0.099g 溴甲酚绿和 0.066g 甲基红，溶于 100mL 乙醇中，变色范围 pH4.4(红)—5.4(蓝)，贮存期不超过 2 个月。

4 仪器

4.1 扩散皿，外室直径 10cm，内室直径 4cm(图 1)。

4.2 恒温箱，40℃。

4.3 注射器，10mL。

5 操作步骤

5.1 称取通过 2mm 筛孔的风干土样 1.0000g~2.0000g (精确至 0.0001g)，均匀地平铺于扩散皿外室。在扩散皿内室中加入 3mL 硼酸指示剂溶液。同时做空白试验。

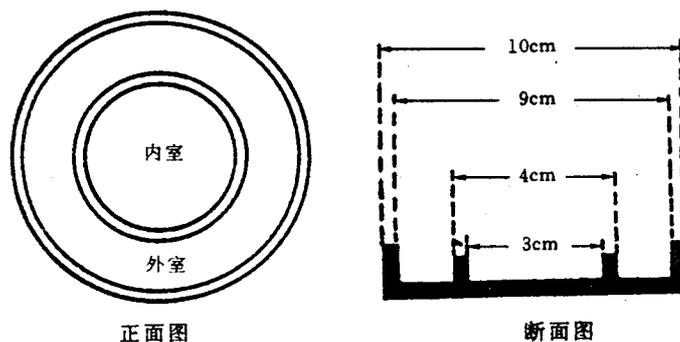


图1 扩散皿示意图

5.2 在扩散皿外室边缘上方涂一层碱性胶液，盖好毛玻璃（光滑的一面在上）并旋转数次，使毛玻璃与皿边完全粘合。然后慢慢转开毛玻璃的一边，使扩散皿的一边露出一条狭缝，用注射器通过狭缝加入 10.0mL 氧化镁溶液，立即盖上毛玻璃。然后轻轻地水平转动扩散皿，使溶液与土样均匀混合。再将两个扩散皿重叠在一起，十字交叉地套上两根橡皮筋，使毛玻璃固定。放入恒温箱内，于 40℃ 保温 5h~6h，每隔 1h~2h 水平摇动 1 次，并防止毛玻璃上的液珠滴入内室，以免造成误差。

5.3 从恒温箱中取出扩散皿，用 0.01mol/L 盐酸标准溶液滴定内室中的硼酸吸收液至溶液由蓝绿色变至紫红色为终点。同时滴定空白试验。

注 1：由于碱性胶液的碱性很强，在涂胶液和洗涤扩散皿时，必须细心，慎防污染内室，致使造成误差。也可采用碱性甘油（甘油中溶解数十粒固体氢氧化钠），易清洗碱性污染。

注 2：滴定时要用细玻棒小心搅动吸收液，切不可摇动扩散皿。接近终点时，可用细玻棒少沾滴定管尖端的盐酸标准溶液，以防滴定超过终点。

6 结果计算

按下式计算土壤铵态氮量：

$$W_{\text{NH}_4^+-\text{N}} = \frac{(V - V_0) \times C \times 14}{m \times K} \times 1000$$

式中：

$W_{\text{NH}_4^+-\text{N}}$ ——铵态氮量，mg/kg；

V ——盐酸标准溶液用量，mL；

V_0 ——空白试验消耗盐酸标准溶液体积，mL；

C ——盐酸标准溶液浓度，mol/L；

14——氮原子的毫摩尔质量，mg/mmol；

m ——风干土样质量，g；

K ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数。

7 允许差

试样进行两份平行测定，取其算术平均值，取整数（<100mg/kg 者取一位小数）。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 铵态氮测定允许差

铵态氮量 (mg/kg)	允许差 (mg/kg)
>200	>10
50~200	2.5~10
<50	2.5

8 参考文献

[1] LY/T1231-1999.森林土壤铵态氮的测定（扩散法）.