

F-HZ-DZ-TR-0053

土壤—硝态氮的测定—还原蒸馏法

1 范围

本方法适用于土壤硝态氮的测定。

2 原理

土壤用饱和硫酸钙溶液浸提，浸提液中的硝态氮在氧化镁存在下，用硫酸亚铁锌还原剂还原，再蒸馏逸出氨，以硼酸溶液吸收后，用盐酸标准溶液滴定而计算硝态氮量。

3 试剂

3.1 饱和硫酸钙溶液：将硫酸钙（ $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）加入水中充分振荡，使其达到饱和，澄清使用。

3.2 氧化镁悬浮液：称取 12g 氧化镁放入 100mL 水中，混匀。

3.3 硫酸亚铁锌还原剂：称取锌粉和硫酸亚铁（ $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ），按 1+5 比例混合磨细。

3.4 硼酸溶液：称取 20g 硼酸（ H_3BO_3 ），溶于水中，再加水稀释至 1000mL，贮于棕色瓶中。

3.5 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂：称取 0.1g 甲基红和 0.5g 溴甲酚绿，溶于 100mL 乙醇中，贮存期不超过 2 个月。

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

标定：称取 0.9534g 硼砂（ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ），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存放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%。

4 仪器

4.1 定氮蒸馏装置。

4.2 振荡机。

4.3 锥形瓶，200mL。

4.4 容量瓶，100mL。

5 操作步骤

5.1 待测液的制备：称取 20.00g 新鲜土样（精确至 0.01g）置于 200mL 锥形瓶中，加入 100.00mL 饱和硫酸钙溶液，加塞，放在振荡机上振荡 1h。静置，待土样悬浮液澄清后，吸取上层清液进行分析。如不能在 24h 内分析，用干滤纸干过滤，滤液用干 100mL 容量瓶承接，置于冰箱中存放。同时做空白试验。

5.2 吸取 20.00mL 滤液置于定氮蒸馏装置中，加入 10mL 氧化镁悬浮液，通入蒸汽蒸馏去除铵态氮。待铵态氮去除后（用纳氏试剂检查），加入 1g 硫酸亚铁锌还原剂，继续蒸馏，在冷

凝管下端装上盛有 5mL 硼酸溶液的 200mL 锥形瓶，吸收硝态氮还原蒸出的氨。当锥形瓶内馏出液达 50mL~55mL 时（约需 8min~10min），用广泛 pH 试纸在冷凝管口试验蒸馏液，如无碱性反应，表示氨已蒸馏完毕。停止蒸馏后，用少量水冲洗冷凝管下口，取下锥形瓶。

5.3 加入 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。同时滴定空白试验蒸馏液。

注 1：本法可在同一浸提液中测定硝态氮和铵态氮，适于测定硝态氮含量较高的旱地土壤。本法测定结果中还包括亚硝态氮，如需分开，应另测亚硝态氮含量，再从结果中减去。

注 2：土样经风干或烘干易引起硝态氮变化，只能用新鲜土样测定。

6 结果计算

按下式计算土壤硝态氮量：

$$W_{NO_3-N} = \frac{C \times (V - V_0) \times 0.014 \times t}{m \times K} \times 10^6$$

式中：

W_{NO_3-N} ——硝态氮量，mg/kg；

C ——盐酸标准溶液浓度，mol/L；

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；

0.014——氮原子的摩尔质量，kg/mol；

t ——分取倍数（浸提液总体积 100mL/吸取浸提液体积 mL）；

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 硝态氮测定允许差

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

8 参考文献

[1] 孙鸿烈，刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述. 北京：中国标准出版社.1996，36.