

土壤水解性氮的测定 凯氏定氮仪法

Determination of soil hydrolyzable nitrogen by Kjeldahl method

2020-05-18 发布

2020-08-18 实施

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由宁夏农林科学院提出。

本标准由宁夏回族自治区农业农村厅归口并实施。

本标准起草单位：宁夏农产品质量标准与检测技术研究所。

本标准主要起草人：石欣、杨春霞、李彩虹、牛艳、葛谦、刘霞、赵丹青、白小军、夏文莉、张艳、开建荣、单巧玲。

土壤水解性氮的测定 凯氏定氮仪法

max.book118.com

1 范围

本标准规定了凯氏定氮仪测定土壤中水解性氮的方法，其中包括原理、试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、分析结果的表述及允许偏差。

本标准适用于宁夏各类土壤中水解性氮的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

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

LY/T 1228-2015 森林土壤氮的测定

3 原理

土壤中易水解态氮在碱性条件下水解，转化为铵态氮，其中包括硝态氮经硫酸亚铁还原的铵态氮。蒸馏出的氨由硼酸溶液定量吸收后以盐酸标准滴定溶液滴定，根据酸的消耗量计算水解性氮含量。

4 试剂和材料

4.1 试剂

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1.1 盐酸 (HCl)。

4.1.2 氢氧化钠 (NaOH)。

4.1.3 硼酸 (H_3BO_3)。

4.1.4 硫酸亚铁 ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$)。

4.1.5 甲基红 ($C_{15}H_{15}N_3O_2$)。

4.1.6 溴甲酚绿 ($C_{21}H_{14}Br_4O_5S$)。

4.1.7 无水乙醇 (C_2H_5OH)。

4.2 试剂配制

4.2.1 氢氧化钠溶液 (400 g/L)：称取 400.0 g 氢氧化钠，加水溶解，冷却，稀释至 1 000 mL。

4.2.2 溴甲酚绿乙醇溶液 (1 g/L)：称取 0.50 g 溴甲酚绿，用无水乙醇完全溶解并稀释至 500 mL。

4.2.3 甲基红乙醇溶液 (1 g/L)：称取 0.50 g 甲基红，用无水乙醇完全溶解并稀释至 500 mL。

4.2.4 硼酸-指示剂溶液：称取 10.0 g 硼酸，用水溶解，分别加入 10.0 mL 溴甲酚绿乙醇溶液和 7.0 mL 甲基红乙醇溶液，稀释至 1 000 mL，混匀。现用现配。

4.2.5 盐酸溶液 (0.1 mol/L)：吸取盐酸 9 mL，注入 1 000 mL 水中，混匀。

4.2.6 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})$] (0.020 0 mol/L)：将 0.1 mol/L 盐酸溶液准确稀释 5 倍，按 GB/T 601 规定进行标定。

5 仪器和设备

5.1 凯氏定氮仪：配 750 mL 消化管。

5.2 分析天平：感量为 0.01 g。

6 分析步骤

6.1 试样制备

将土壤样品弄碎摊成薄层放于室内阴凉通风处风干，剔除石块、根茎及各种新生体和侵入体等，研磨，使全部通过 2 mm (10 目) 筛，充分混匀，贮存。若样品数量太多，需用四分法将研磨过筛充分混匀的样品进行分样。

6.2 测定

称取充分混匀的试样 3 g，精确至 0.01 g，至 750 mL 消化管中，加入 1 g 硫酸亚铁。将消化管置于凯氏定氮仪上（设定水、氢氧化钠溶液、硼酸-指示剂溶液加液体积分别为 50 mL、40 mL、30 mL，蒸馏效率为 80%，蒸馏体积 150 mL）实现自动加液、蒸馏，滴定，测定。同时做空白试验。

7 分析结果的表述

试样中水解性氮的含量按式 (1) 计算：

$$W = \frac{(V - V_0) \times c \times 14}{m} \times 10^3 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- W ——水解性氮含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；
- V ——滴定样品所用盐酸标准溶液体积，单位为毫升(mL)；
- V_0 ——滴定空白所用盐酸标准溶液体积，单位为毫升(mL)；
- c ——盐酸标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- m ——试样称样量，单位为克(g)；
- 14 ——氮原子的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

测定结果取在重复性条件下两次独立测定结果的算术平均值，计算结果保留整数。

8 允许偏差

按表 1 规定，符合 LY/T 1228-2015 标准规定要求。

表 1 允许偏差

| 测定值 (mg/kg) | 允许偏差 |
|-------------|-------------------------|
| >200 | 相对偏差<5 % |
| 200~50 | 绝对偏差 10 mg/kg~2.5 mg/kg |
| <50 | 绝对偏差<2.5 mg/kg |

