

# 土壤中铵态氮的测定条件研究

王趁荣 秦冲\* 施畅 刘爱琴 林瑶 封建中

(河北省地矿中心实验室,河北 保定 071051)

**摘要** 对氧化镁浸提-扩散法测定土壤中铵态氮的条件进行了研究,优化了氧化镁浸提-扩散温度和时间等实验条件,用振荡器代替人工转动扩散皿,最终确定较佳的氧化镁浸提-扩散温度为 26 ℃,时间为 15 h。在优化条件下,方法的相对标准偏差(RSD,  $n=7$ ) 在 1.1%~3.3%, $\text{NH}_4\text{Cl}$  的加标回收率在 92.83%~103.1%,方法操作简单,测定结果准确可靠,精密度高,尤其适用于大批量样品的检测分析。

**关键词** 土壤;铵态氮;测定条件;大批量样品

中图分类号:O655.2 文献标志码:A 文章编号:2095-1035(2016)04-0030-03

## Study on Determination Conditions for Analyzing Ammonium Nitrogen in Soil

WANG Chenrong, QIN Chong\*, SHI Chang, LIU Aiqin, LIN Yao, FENG Jianzhong

(Hebei Central Laboratory of Geology and Mineral Resources, Baoding, Hebei 071051, China)

**Abstract** Analytical conditions for the determination of ammonium nitrogen in soil by magnesium oxide extraction method together with diffusion method were investigated. Experimental parameters, such as extraction temperature and extraction time, were studied and optimized. An oscillator was employed to replace human to turn the diffusion vessel. The optimized experimental conditions were obtained as following: extraction temperature and extraction time were 26 ℃ and 15 h, respectively. Under the optimized conditions, the relative standard deviation (RSD,  $n=7$ ) of the method was 1.1%–3.3%, and the recovery was between 92.81% and 103.2%. This method has some advantages including simple operation, high accuracy, good precision and good repeatability, which especially meet the requirements for batch analysis.

**Keywords** soil; ammonium nitrogen; determination conditions; multitudinous samples

### 前言

土壤中的氮素是农作物氮素营养的主要来源,是影响土壤肥力的重要因素<sup>[1-2]</sup>。在不同的酸碱条件下,氮以不同形态存在,因此氮素在土壤中也存在许多种形态。铵态氮是以铵离子( $\text{NH}_4^+$ )的形态存

在于土壤中的氮素,可以直接被农作物吸收利用,了解铵态氮的含量能为合理施肥提供有力依据<sup>[3-4]</sup>。根据国家相关标准<sup>[5-7]</sup>,土壤中铵态氮选用氧化镁浸提-扩散法测定,以弱碱性氧化镁水悬液交换吸附在土壤胶体上的铵态氮,以硼酸吸收释放出的氨,再用标准稀酸滴定,最终测得铵态氮含量。但操作步骤

收稿日期:2016-03-31 修回日期:2016-04-21

基金项目:河北省地矿中心实验室创新项目资助

作者简介:王趁荣,女,高级工程师,主要从事分析测试研究。E-mail:80324181@qq.com

\* 通信作者:秦冲,男,助理工程师,主要从事分析测试研究。E-mail:931549285@qq.com

较为繁琐,且受反应时间和温度等因素的影响较大。本文通过实验对上述方法中的测定条件进行研究分析,提出了可获得准确测定结果的简易操作步骤和测定条件,增加了测定准确性,减少了劳动量,尤其适用于大批量样品的测定。

## 1 实验部分

### 1.1 主要试剂和仪器

扩散皿、半微量滴定管(5.0 mL)、振荡器、空调等。

氧化镁溶液(170 g/L):称取 17.0 g 于 500~600 °C 灼烧过的氧化镁,加 100 mL 水,同时摇匀。

碱性胶液:称取 40.0 g 阿拉伯胶,溶于 50 mL 水中,加入 20 mL 甘油和 20 mL 饱和碳酸钾水溶液,搅匀。离心除去泡沫和不溶物,将清液储存于玻璃瓶中加盖密封备用。

定氮混合指示剂:称取 0.1 g 甲基红和 0.5 g 溴甲酚绿于玛瑙研钵中,加入 100 mL 乙醇(95%)研磨溶解。

硼酸-指示剂溶液(20 g/L):称取硼酸 20.0 g 溶于水中,稀释至 1 L。每升硼酸溶液中加入 20 mL 混合指示剂,并用稀盐酸或氢氧化钠调至红紫色(pH 为 4.5)。

实验用水为二次去离子水。

### 1.2 实验方法

称取通过 2 mm 筛孔的风干土壤样品 2.00 g,均匀平铺于扩散皿外室中,在扩散皿内室加入 3.0 mL 硼酸-指示剂溶液(20 g/L)。在扩散皿的外室边缘涂上一层碱性胶液,盖上毛玻璃,旋转数次,使毛玻璃与皿边完全黏合,再慢慢转开毛玻璃的一边,使扩散皿外室露出一条狭缝,迅速加入 10.0 mL 氧化镁(170 g/L)悬浊液,立即用毛玻璃盖严,然后用橡皮筋扎好,使毛玻璃固定,放在振荡器上水平轻轻转动,使氧化镁悬浊液与土壤样品充分混合。

用空调控制室内温度为 26 °C,把扩散皿放在水平实验台上保温 15 h,每隔 5 h 放在振荡器轻轻转动一次。

用 HCl 标准溶液(0.01 mol/L)滴定内室中硼酸所吸收的氨,由蓝色变为微红色即为终点。在样品测定的同时进行空白实验。

## 2 结果与讨论

### 2.1 扩散皿转动方式的选择

将氧化镁悬浊液加入扩散皿,与待测土壤样品混匀过程中,目前采用在水平桌面上用手轻轻转动

扩散皿<sup>[6-11]</sup>的方式,这种方式比较繁琐,耗费较多的人工和时间,而且不易操作,容易造成样品混合不均匀或外室碱液溅到内室,从而影响测定结果。有些土壤样品黏性比较大、反应释放氨的速度比较慢,这就需要加大转动扩散皿的力度和时间,人工用手转动扩散皿的方式更是难以满足实验需求。

将扩散皿放在含有泡沫凹槽的振荡器(如图 1 所示)上水平轻轻转动,调节固定好振荡器转速,即可同时转动多个扩散皿,操作简单,可节省大量人力,减少操作误差,尤其适用于大批量样品的分析检测工作。



图1 振荡器

Figure 1 A photo for the oscillator.

### 2.2 氧化镁浸提-扩散温度的选择

根据林业行业标准<sup>[5]</sup>,进行氧化镁浸提-扩散条件可选用在 40 °C 烘箱内放置 6 h 或室温下放置 12 h 以上,由于受到烘箱内空间限制,无法在烘箱内放置较多样品,实验选取用空调控制室温放置 15 h,更适于同时进行大批量样品的测定。

实验中固定氧化镁浸提-扩散时间为 15 h,通过空调分别控制室温为 20、22、24、26、28、30 °C 测定 4 种标准土壤样品中铵态氮含量。测定结果如图 2 所示。随着温度升高,铵态氮测定值随温度变化初期上升明显,之后逐渐趋于平稳,并且达到一个相对稳定的数值,故实验选取空调控制室温温度为 26 °C。

### 2.3 氧化镁浸提-扩散时间的选择

空调控制室温温度为 26 °C,分别在氧化镁浸提-扩散时间为 3、6、9、12、15、20、24、36、48 h 测定两种标准土壤样品中铵态氮含量。测定结果如图 3 所示。铵态氮测定值随时间变化初期上升明显,之后逐渐趋于平稳,并且达到一个相对稳定的数值,故实验选取氧化镁浸提-扩散时间为 15 h。

### 2.4 精密度实验

空调控制室温温度为 26 °C,氧化镁浸提-扩散时间为 15 h,分别多次测定 4 种标准土壤样品中铵态氮含量,铵态氮测定值相对标准偏差(RSD,  $n=7$ ) 在 1.1%~3.3%,说明本方法具有良好的精密度,

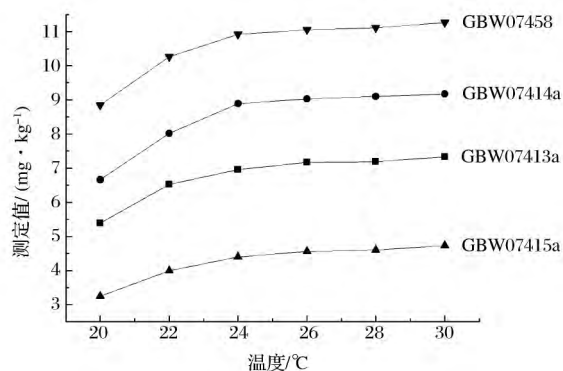


图2 浸提温度对土壤中铵态氮测定的影响

Figure 2 Effects of extraction temperatures on the determination of ammonium nitrogen.

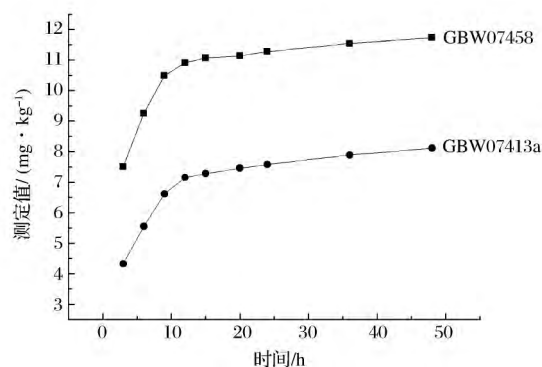


图3 浸提时间对土壤中铵态氮测定的影响

Figure 3 Effects of extraction times on the determination of ammonium nitrogen.

测定结果见表1。

表1 精密度实验结果

土壤标样 Standard samples	测定值 Measured value	平均值 Mean	RSD/%
GBW07413a	7.06 7.07 7.17 7.19	7.27	2.9
	7.28 7.50 7.61		
GBW07414a	8.79 8.99 9.06 9.10	9.10	1.9
	9.19 9.21 9.32		
GBW07415a	4.39 4.53 4.71 4.80	4.57	3.3
	4.40 4.56 4.60		
GBW07458	10.92 11.03 11.24 10.92	11.05	1.1
	11.01 11.06 11.19		

## 2.5 加标回收实验

分别在4种标准土壤样品中加入  $NH_4Cl$  标准溶液,空调控制室温温度为  $26\text{ }^{\circ}C$ ,氧化镁浸提-扩散时间为15 h,测定4种标准土壤样品中铵态氮含量,测定结果见表2。结果显示,本方法的加标回收率在92.83%~103.1%,说明本方法能定量回收  $NH_4Cl$ 。

表2 加标回收实验

土壤标样 Standard samples	标准加入量 Added	测定值 Found	回收率/% Recovery/%
GBW07413a	0	7.27	-
	5.00	11.39	92.83
GBW07414a	0	9.10	-
	10.00	19.04	99.68
GBW07415a	0	4.57	-
	5.00	9.87	103.1
GBW07458	0	11.05	-
	10.00	20.26	96.25

## 3 结语

通过对土壤中铵态氮测定条件的研究,本方法用振荡器代替人工转动扩散皿,确定较佳的氧化镁浸提-扩散温度为  $26\text{ }^{\circ}C$ ,时间为15 h,方法操作简单,重现性良好,尤其适用于大批量样品的检测分析。

## 参考文献

- [1] 熊毅,李庆逵. 中国土壤[M]. 北京:科学出版社,1988:464-482.
- [2] 王磊,李艳红,袁婕. 全自动凯氏定氮仪测定干旱区土壤中全氮含量[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2014,4(3):31-34.
- [3] 李天杰,赵烨,张科利. 土壤地理学[M]. 北京:高等教育出版社,2004:51-57.
- [4] 鲍士旦. 土壤农化分析[M]. 北京:中国农业出版社,2002:57.
- [5] 中国土壤学会农业化学专业委员会. 土壤农业化学常规分析方法[M]. 北京:科学出版社,1989:82-84.
- [6] 农业部全国土壤肥料总站. 土壤分析技术规范[M]. 北京:农业出版社,1993:39-40.
- [7] 中国林业科学研究院林业研究所. LY/T 1231—1999 森林土壤铵态氮的测定[S]. 北京:中国标准出版社,1999.
- [8] 孙凡伟. 简述土壤水解氮的测定方法[J]. 黑龙江农业科学(*Heilongjiang Agricultural Sciences*),2010(4):159-160.
- [9] 董娟,谢春梅. 碱解扩散法测定土壤水解性氮影响因素分析[J]. 宁夏农林科技(*Ningxia Journal of Agriculture and Forestry Science and Technology*),2011,52(9):61,71.
- [10] 李金彦. 土壤水解性氮的测定(碱解扩散法)[J]. 农业科技与信息(*Agricultural Science and Information*),2010(10):15.
- [11] 王晓岚,卡丽毕努尔,杨文念. 土壤碱解氮测定方法比较[J]. 北京师范大学学报:自然科学版(*Journal of Beijing Normal University: Natural Science*),2010,46(1):76-78.