

F-HZ-DZ-TR-0055

土壤—铵态氮的测定—光度法

1 范围

本方法适用于土壤低含量铵态氮的测定。

2 原理

土壤用氯化钾溶液浸提，浸提液中的铵态氮在强碱性介质中与次氯酸盐和苯酚作用，生成水溶性染料靛酚蓝，借以光度法测定。含氮量在 0.05mg/L~0.5mg/L 范围内，吸光度与铵态氮含量成正比。

3 试剂

3.1 氯化钾溶液：2mol/L，称取 149.1g 氯化钾，溶于水中，再稀释至 1000mL。

3.2 苯酚溶液：称取 10g 苯酚 (C₆H₅OH) 和 100mg 硝基铁氰化钠 (Na₂Fe(CN)₅NO • 2H₂O)，溶于水中，再加水稀释至 1000mL。此试剂不稳定，须贮于棕色瓶中，在 4℃ 冰箱中保存。硝基铁氰化钠有剧毒，使用时应注意。

3.3 次氯酸钠碱性溶液：称取 10g 氢氧化钠、7.06g 磷酸氢二钠 (Na₂HPO₄ • 7H₂O)、31.8g 磷酸钠 (Na₃PO₄ • 12H₂O) 和 10mL 次氯酸钠溶液 (NaOCl，称取 5.25g 次氯酸钠溶于 100mL 水中，即含 5%有效氯的漂白粉溶液)，溶于水中，再加水稀释至 1000mL。贮于棕色瓶中，在 4℃ 冰箱中保存。

3.4 掩蔽剂：称取 40g 酒石酸钾钠 (KNaC₄H₄O₆ • 4H₂O) 溶于 100mL 水中。再称取 10g EDTA 二钠盐溶于 100mL 水中。然后将两种溶液按等体积混合，每 100mL 混合溶液中加 0.5mL 10mol/L 氢氧化钠溶液。

3.5 铵态氮标准溶液：称取 0.4717g(精确至 0.0001g)干燥的硫酸铵[(NH₄)₂SO₄]溶于水中，再加水稀释至 1000mL，此溶液 1mL 含 100μg N。使用前再稀释成 1mL 含 2.5μg N 的工作标准溶液。

4 仪器

4.1 振荡机。

4.2 分光光度计。

4.3 锥形瓶，200mL。

4.4 容量瓶，50mL，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 氯化钾溶液，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，滤液用干的 100mL 容量瓶承接，置于冰箱中存放。同时做空白试验。

5.2 吸取 2.00mL~10.00mL (含铵态氮 5μg~25μg) 滤液置于 50mL 容量瓶中，用氯化钾溶液补充至 10mL。然后加入 5mL 苯酚溶液和 5mL 次氯酸钠碱性溶液，摇匀，在 20℃ 室温下放置 1h 后，加 1mL 掩蔽剂以溶解可能产生的沉淀物，再用水稀释至刻度，摇匀。在分光光度计上，于 625nm 波长处，用 1cm 吸收皿测定吸光度，从工作曲线上查得相应的铵态氮量。

5.3 工作曲线：分别取 0、5、10、20、25μg 铵态氮标准溶液置于 50mL 容量瓶中，各加入 10mL 氯化钾溶液，按 5.2 操作步骤操作，绘制工作曲线。

注：掩蔽剂在显色后加入为宜。过早加入会使显色反应很慢，蓝色偏弱。加入过晚，则生成的氢氧化物沉淀可能老化而不易溶解。在 20℃ 左右放置 1h 后即可加入掩蔽剂。

6 结果计算

按下式计算土壤铵态氮量：

$$W_{\text{NH}_4^+-\text{N}} = \frac{C \times t}{m \times K}$$

式中：

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

C ——从工作曲线上查得铵态氮量， μg ；

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 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] 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, 34.
- [2] 鲁如坤. 土壤农业化学分析方法. 北京: 中国农业科技出版社. 1999, 159.