

凯氏定氮仪测定土壤中的无机氮含量

1 前言

土壤中无机态氮可分为水溶态、交换态及固定态等，其一般包括铵态、硝态以及亚硝态的氮，其区别于碱解氮。测定土壤中无机氮的含量可优化施肥方式，结合土壤无机氮的含量确定氮肥施用量，无需大水大肥也可实现养分需求与供应的协调。所以准确测定土壤中无机氮的含量是很有必要的。其原理为交换态为可被中性盐溶液（氯化钾或氯化钠）交换提取的部分。中性盐液与土壤混合、震荡，将土壤吸附的铵态氮交换浸出，其中也包括水溶态。此提取物经过滤，滤液再进行各种形态氮测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1160 全自动凯式定氮仪，分析天平。

2.2 试剂

2.2.1 2mol/L 氯化钾溶液：溶解 150g 的分析纯 KCl 于 800mL 蒸馏水中，稀释至 1L。

2.2.2 定氮合金(含 50%Al, 45%Cu 和 5%Zn)：通过 100 目筛，其中最少 75%可通过 300 目筛；

2.2.3 氨基磺酸 ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$) 液：溶解 2g 氨基磺酸于 100mL 蒸馏水中，将此液放在冰箱里保存；

2.2.4 硼酸溶液[$\rho(\text{H}_3\text{BO}_3) = 20\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$]：称取 20.00g 硼酸，溶于近 1L 水中；

2.2.5 氧化镁：将氧化镁在高温电炉中经 600°C 灼烧 2h，冷却后贮存于密闭的玻璃瓶中；

2.2.6 盐酸或硫酸标准溶液[$c(\text{H}^+) = 0.01\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$]；

2.2.7 甲基红 - 溴甲酚绿混合指示剂：0.1%甲基红乙醇溶液与 0.1%溴甲酚绿乙醇溶液以 1 : 5 的体积比临用前混合。

3 实验方法

3.1 无机氨浸提

精密称取 10g 过 2mm 筛孔土样于 250mL 广口瓶内，加入氯化钾液 [$c(\text{KCl}) = 2\text{mol/L}$] 100mL，塞紧瓶塞，置于振荡器上震荡 1h。静置直至土壤-KCl 悬浮液澄清(约 30min)，取一定量的上清液进行分析。若于 24h 内无法分析，则需过滤，滤液贮存于冰箱备用。

3.2、 $\text{NH}_4^+\text{-N}$ 的测定

吸取 10mL 土壤提取滤液于消化管中，加入 0.2g 氧化镁，立即将消化管置于定氮仪上并压紧，设置好参数，开始蒸馏。

3.3、 $(\text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-)$ 的测定

经前述 3.2 测定铵态氮蒸馏完毕后，取下消化管，迅速向此消化管中加入 0.2g 定氮合金，并立即将消化管置于定氮仪上并压紧，设置好参数，开始蒸馏。

3.4、 $(\text{NH}_4^+ + \text{NO}_3^- + \text{NO}_2^-)\text{-N}$ 的测定

操作方法如 3.2 所述，但在加入 MgO 后立即加入 0.2g 定氮合金粉。

3.5、 $(\text{NH}_4^+ + \text{NO}_3^-)\text{-N}$ 的测定

操作方法如 3.4 所述，在加入 MgO 及定氮合金粉之前，先加入 1mL 的氨基磺酸液处理该样品，并旋动消化管数秒钟破坏 NO_2^- 。

3.6、 NO_3^- 的测定

在按 3.3 的操作前，样品先按 3.5 的要求，用 1mL 氨基磺酸处理，以破坏 NO_2^- 。

表 1 定氮仪参数设置

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	滴定酸浓度
25mL	0mL	0mL	5min	100%	0.01274mol/L

4 结果与讨论

4.1 实验结果

表 2 土壤中无机氮含量测试结果

编号	重量 g	NH ₄ ⁺ -N mg/kg	(NO ₃ ⁻ +NO ₂ ⁻)-N mg/kg	(NH ₄ ⁺ +NO ₃ ⁻ +NO ₂ ⁻)-N mg/kg	(NH ₄ ⁺ +NO ₃ ⁻)-N mg/kg	NO ₃ ⁻ mg/kg
土 1	10.0045	75.01	33.64	106.93	92.72	16.92
		76.17	34.14	108.10	90.18	15.72
土 2	9.9997	70.41	68.74	136.43	116.19	44.23
		71.31	67.32	135.92	115.47	45.12

4.2 结论

该测试结果显示使用此方法测定土壤中无机氮含量可得出土壤中各种形式氮的含量，可满足日常检测土壤中无机氮含量的要求。

参考文献

[1] 中国土壤学会. 土壤农业化学分析方法, 13 : 156-159[M].

注意事项

- 1) 使用的 MgO 必须先经高温灼烧, 以除去 MgCO_3 , 而将其贮存于密闭瓶中, 则可隔绝其与大气 CO_2 接触。含有碳酸的 MgO , 在 NH_4^+ 蒸馏中, 能导致 CO_2 游离, 而干扰滴定。
- 2) 还原 NO_3^- 及 NO_2^- 所使用定氮合金需用细粉, 因为其愈细活性愈大, 而合金粉用量及还原作用所需时间都可显著的减少。
- 3) 实验中使用 MgO 或定氮合金称量时不需特别精确即可。