

F-HZ-DZ-TR-0050

土壤—全氮的测定—扩散法

1 范围

本方法适用于土壤全氮的测定。

2 原理

用凯氏法消煮好的溶液，加水定容后，吸取一定量溶液置于扩散皿外室，加入氢氧化钠溶液使氮扩散，用扩散皿内室中的硼酸指示剂溶液吸收后，以盐酸标准溶液滴定而计算全氮量。

3 试剂

3.1 碱性胶液：称取 40g 阿拉伯胶置于 100mL 烧杯中，加入 50mL 水，调匀，加热至 60℃~70℃，搅拌溶解，冷却。再加入 40mL 甘油和 20mL 饱和碳酸钾溶液，搅匀，冷却。离心除去泡沫和不溶物后，放置在盛有硫酸（ $\rho 1.84\text{g/mL}$ ）的干燥器中除去氨。

3.2 硫酸（ $\rho 1.84\text{g/mL}$ ）。

3.3 氢氧化钠溶液：称取 400g 氢氧化钠，溶于水，再加水稀释至 1000mL。

3.4 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂：称取 0.099g 溴甲酚绿和 0.066g 甲基红，溶于 100mL 乙醇中，变色范围 pH 4.4(红)—5.4（蓝），贮存期不超过 2 个月。

3.5 硼酸指示剂溶液：称取 20g 硼酸（ H_3BO_3 ），溶于 1000mL 水中。使用前每 100mL 硼酸溶液中加入 2mL 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂，以稀氢氧化钠溶液或稀盐酸溶液调节溶液至紫红色(pH 4.5)，即为硼酸指示剂溶液。

3.6 盐酸标准溶液：0.01mol/L，每 1000mL 水中加入 0.9mL 盐酸（ $\rho 1.19\text{g/mL}$ ），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放置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 凯氏烧瓶，100mL。

4.2 容量瓶，50mL。

4.3 注射器，10mL。

4.4 扩散皿，外室直径 10cm，内室直径 4cm（图 1）。

4.5 恒温箱，40℃。

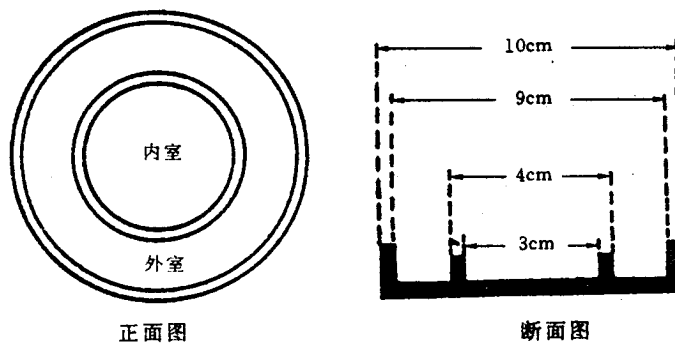


图1 扩散皿示意图

5 试样制备

风干粉末土样，粒度小于0.149mm。称样测定时，另称取一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

6 操作步骤

6.1 称取通过0.149mm筛孔的风干土样1.0000g(精确至0.0001g)，将土样小心移入凯氏烧瓶底部。加入2g混合催化剂，摇匀，加数滴水使土样湿润。然后加5mL硫酸，在凯氏烧瓶口放一小漏斗，用电炉加热消煮。最初宜用低温，待无泡沫发生后(约需10min~15min)，提高温度，控制凯氏烧瓶内硫酸蒸气回流的高度约在瓶颈上部的1/3处，并须经常振动凯氏烧瓶，勿使干涸，直至消煮液和土粒全部变为灰白色稍带绿色后(约需15min)，再继续消煮1h，全部消煮时间约85min~90min。消煮完毕后，取下凯氏烧瓶，冷却。小心地将消煮液移入50mL容量瓶中，并用少量水洗涤凯氏瓶，洗涤液也倒入容量瓶，再加水稀释至刻度，摇匀。同时做空白试验。

6.2 吸取2.00mL~5.00mL溶液(含氮50mg~300mg)置于扩散皿外室，另吸取3mL硼酸指示剂溶液置于扩散皿内室。于扩散皿外室边上用毛笔涂上碱性胶液，盖上毛玻璃(光滑的一面在上)并旋转数次，使毛玻璃与皿边完全粘合。推动毛玻璃，使扩散皿外室的一边露出一狭缝，用注射器通过狭缝加入10.00mL氢氧化钠溶液，立即盖上毛玻璃，轻轻地水平转动扩散皿，然后将两个扩散皿重叠在一起，十字交叉地套上两根橡皮筋，使毛玻璃固定。放入恒温箱内，于40℃保温24h，在此期间水平摇动2次~3次，并防止毛玻璃上的液珠滴入内室，以免造成误差。

6.3 从恒温箱中取出扩散皿，用0.01mol/L盐酸标准溶液滴定内室中的硼酸吸收液至溶液由蓝绿色变至紫红色为终点。同时滴定空白试验。

注1：由于碱性胶液的碱性很强，在涂胶液和洗涤扩散皿时，必须细心，慎防污染内室，致使造成误差。也可采用碱性甘油(甘油中溶解数十粒固体氢氧化钠)，易清洗碱性污染。

注2：滴定时要用细玻璃棒小心搅动吸收液，切不可摇动扩散皿。

7 结果计算

按下式计算土壤全氮量：

$$W_N = \frac{(V_1 - V_0) \times C \times 0.014}{m \times K} \times 1000$$

式中：

W_N ——全氮量，g/kg；

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；

C ——盐酸标准溶液浓度，mol/L；

0.014——氮原子的毫摩尔质量，g/mmol；

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。

8 允许差

样品进行两份平行测定, 取其算术平均值, 取两位小数。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 全氮测定允许差

全氮量 (g/kg)	允许差(g/kg)
>5	0.15~0.30
1~5	0.05~0.15
0.5~1	0.03~0.05
<0.5	<0.03

9 参考文献

[1] LY/T1228-1999.森林土壤全氮的测定.