

土壤总氮的测定方法研究

程华敏 (广东中加检测技术股份有限公司, 广东 广州 510000)

摘要: 指出了土壤总氮是衡量土壤肥力的重要指标之一, 传统测定土壤总氮的方法是凯氏定氮法, 但该方法操作过程繁琐, 不利于大批量样品测试等缺点, 紫外分光光度法操作过程简便, 取样量少, 适合大批量样品分析, 通过5种不同类型的土壤测试, 结果证明该方法具有高适用性和正确度。

关键词: 土壤总氮; 紫外分光光度法

Abstract: it is pointed out that soil total nitrogen is one of the important indexes to measure soil fertility. The traditional method of determining soil total nitrogen is Kjeldahl method, but the operation process of this method is cumbersome, which is not conducive to large-scale sample testing. The operation process of ultraviolet spectrophotometry is simple, and the sampling amount is small, which is suitable for large-scale sample analysis. The results show that the method has high applicability and accuracy.

Key words: Total Nitrogen in soil; UV Spectrophotometry

1 概述

土壤总氮是土壤氮素的主要分析项目之一, 是衡量土壤氮素肥力的指标^[1]。目前生态环境监测对土壤全氮的主要测定方法是凯氏定氮法^[2]。土壤中全氮含量差异小, 凯氏定氮法测定的土壤总氮结果稳定可靠, 但是操作过程繁琐, 不利于大批量样品的测定。人们一直以来对凯氏定氮法做了许多不同的改进, 一方面是改进更有效的催化剂, 减少消煮时间; 另一方面是改进氨的蒸馏和滴定^[3], 但凯氏定氮法仍然不适合大批量样品分析。

本研究将建立操作简便, 精密度及准确度高, 适合大批量样品分析的检测方法, 使用的设备为紫外分光光度计, 一般实验室均有配备, 方法具有广泛适用性。

2 材料与方法

2.1 方法和原理

在60℃以上水溶液中, 过硫酸钾可分解产生硫酸氢钾和原子态氧, 硫酸氢钾在溶液中离解而产生氢离子, 在氢氧化钠的碱性介质中可促使分解过程趋于完全。分解出的原子态氧在120℃~124℃条件下, 可使样品中有机氮化合物、亚硝酸氮和铵态氮被转化为硝酸氮, 并且在此过程中有机物同时被氧化分解。用紫外分光光度法于波长220nm和275nm处, 分别测出吸光度 A_{220} 及 A_{275} , 求出校正吸光度 $A: A=A_{220}-2A_{275}$ ^[4]。

2.2 实验材料

2.2.1 仪器

紫外分光光度计; 手提式蒸汽灭菌器; 万分一天平; 玻璃器皿; 离心机。

2.2.2 试剂

无氨水; 盐酸(1+9); 碱性过硫酸钾: 称取40g过硫酸钾, 15g氢氧化钠, 溶于无氨水中, 稀释定容至1000mL; 硝酸钾标准溶液(使用液为10mg/L)。

3 实验步骤

3.1 样品的制备

准确称取0.0100g试样于25mL具塞比色管中, 试

样经风干、研磨, 过100目筛, 加10mL无氨水、5mL碱性过硫酸钾溶液混匀, 塞紧磨口塞, 用布及绳等扎紧, 以防弹出。将三角瓶置于手提蒸汽灭菌器中, 加热, 使压力指针到1.1kg/cm²~1.4kg/cm²(对应温度120℃~124℃), 保持1h, 停止加热, 待压力表指针降至零后, 开阀放气, 取出样品并冷却至室温。

向每个比色管分别加入1.0mL盐酸(1+9), 用无氨水稀释至25mL标线, 盖塞混匀, 离心待测。

3.2 空白试样的制备

用10mL无氨水替代试样, 采用3.1相同步骤和试剂制备全程空白试液。

3.3 校准曲线

分别量取0.00、0.20、0.50、1.00、3.00、7.00mL硝酸钾标准使用液(10.0mg/L)于25mL具塞比色管中, 加无氨水稀释至10.0mL, 加入5mL过硫酸钾溶液, 塞紧磨口塞, 用布及绳等扎紧, 以防弹出。采用3.1相同步骤进行操作。

3.4 测定

取上清液使用10mm石英比色皿, 在紫外分光光度计上, 以无氨水作参比, 分别于波长220nm和275nm处测定空白试液、校准曲线和样品试液的吸光度。零浓度的校正吸光度 A_b 、其他标准系列的校正吸光度 A_s 及其差值 A_r , 按 A_r 值与相应的NO₃-N浓度绘制校准曲线。

$$A_b = A_{b220} - 2A_{b275}$$

$$A_s = A_{s220} - 2A_{s275}$$

$$A_r = A_s - A_b$$

式中:

A_{s220} —试液在220nm波长的吸光度;

A_{s275} —试液在275nm波长的吸光度;

A_{b220} —空白试液在220nm波长的吸光度;

A_{b275} —空白试液在275nm波长的吸光度。

3.5 计算

土壤中全氮的含量 ω , 单位为mg/kg。

$$\omega = \frac{C \times V}{m \times (1 - f)}$$

式中:

C- 在校准曲线上查得总氮的含量的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

V- 试液定容的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

m- 称取试样的质量的数值, 单位为克 (g);

f- 试样的含水率的数值, 以小数表示。

4 结果与分析

4.1 按 3.3 操作步骤绘制校准曲线, 测定结果见表 1、图 1

表 1

序号	标准使用液体积 (mL)	含氮量 (mg/L)	A ₂₂₀	A ₂₇₅	校正吸光度	A _r
1	0.00	0	0.035	0.006	0.023	0.000
2	0.20	0.08	0.053	0.005	0.043	0.020
3	0.50	0.20	0.090	0.008	0.074	0.051
4	1.00	0.40	0.149	0.010	0.129	0.106
5	3.00	1.20	0.372	0.008	0.356	0.333
6	7.00	2.80	0.780	0.012	0.756	0.733

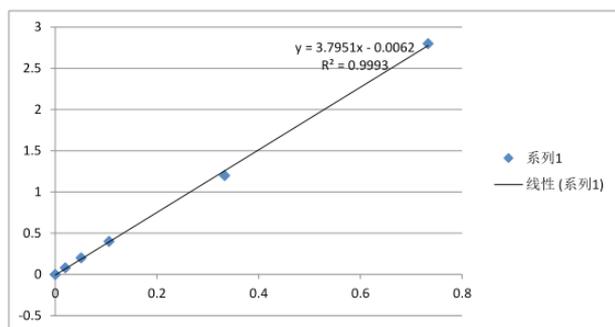


图 1

4.2 精密度和准确度

对黑龙江西林铅锌矿区的暗棕壤 (GBW07401)、广东阳春多金属矿区黄色红壤 (GBW07406)、广东徐闻玄武岩砖红壤 (GBW07407)、陕西洛川黄土 (GBW07408)、珠江三角洲土壤 (GBW07430) 5 种不同类型的土壤按 3.1 步骤进行测定, 每个样品平行测试 7 次, 因标准样品均经烘干, 本次测试均不考虑样品含水率的影响, 测定结果如表 2。

表 2

样品编号	序号	测定结果 (mg/kg)	平均值 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	相对偏差 (%)
GBW07401	1	1728	1734	1760 ± 63	1.3
	2	1752			
	3	1757			
	4	1714			
	5	1704			
	6	1760			
	7	1720			

GBW07406	1	771	746	740 ± 59	4.5
	2	744			
	3	726			
	4	697			
	5	787			
	6	779			
	7	721			
GBW07407	1	685	680	660 ± 62	3.2
	2	670			
	3	658			
	4	697			
	5	709			
	6	696			
	7	650			
GBW07408	1	340	367	370 ± 54	4.7
	2	373			
	3	385			
	4	353			
	5	388			
	6	366			
	7	362			
GBW07430	1	1020	984	1020 ± 110	3.3
	2	952			
	3	1019			
	4	1000			
	5	995			
	6	943			
	7	958			

5 结论

根据建立的方法绘制的校准曲线线性系数为 0.999, 线性关系较好, 本方法对不同类别, 不同浓度的土壤进行试验, 室内相对标准偏差为 1.3%~4.7%, 符合相关标准要求^[5], 平行测试结果均值符合标准样品限值要求, 结果准确。

综上所述, 本方法可稳定、准确进行土壤样品中总氮的测定。

参考文献:

- [1] 鲍士旦. 土壤农化分析 [M]. 北京: 中国农业出版社, 2011.
- [2] HJ 717-2014. 土壤质量 全氮的测定 凯氏法 [S]. 北京: 环境保护部, 2014.
- [3] 张英利, 许安民, 尚浩博, 等. AA3 型连续流动分析仪测定土壤和植物全氮的方法研究 [J]. 西北农林科技大学学报 (自然科学版), 2006, 34(10): 128-132.
- [4] HJ 636-2012. 水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法 [S]. 北京: 环境保护部, 2012.
- [5] 国家环境保护总局. 土壤环境监测技术规范 [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 2005.