

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.24—2012

土壤检测 第24部分：土壤全氮的测定 自动 定氮仪法

Soil testing—
Part 24: Determination of total nitrogen in soil—
Automatic kjeldahl apparatus method

2012-06-06 发布

2012-09-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

NY/T 1121《土壤检测》为系列标准:

- 第 1 部分:土壤样品的采集、处理和贮存
- 第 2 部分:土壤 pH 的测定
- 第 3 部分:土壤机械组成的测定
- 第 4 部分:土壤容重的测定
- 第 5 部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
- 第 6 部分:土壤有机质的测定
- 第 7 部分:酸性土壤有效磷的测定
- 第 8 部分:土壤有效硼的测定
- 第 9 部分:土壤有效钼的测定
- 第 10 部分:土壤总汞的测定
- 第 11 部分:土壤总砷的测定
- 第 12 部分:土壤总铬的测定
- 第 13 部分:土壤交换性钙和镁的测定
- 第 14 部分:土壤有效硫的测定
- 第 15 部分:土壤有效硅的测定
- 第 16 部分:土壤水溶性盐总量的测定
- 第 17 部分:土壤氯离子含量的测定
- 第 18 部分:土壤硫酸根离子含量的测定
- 第 19 部分:土壤水稳性大团聚体组成的测定
- 第 20 部分:土壤微团聚体组成的测定
- 第 21 部分:土壤最大吸湿量的测定
- 第 22 部分:土壤田间持水量的测定 环刀法
- 第 23 部分:土粒密度的测定
- 第 24 部分:土壤全氮的测定 自动定氮仪法
- 第 25 部分:土壤有效磷的测定 连续流动分析仪法

.....

本部分为《土壤检测》的第 24 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中华人民共和国农业部种植业管理司提出并归口。

本部分起草单位:全国农业技术推广服务中心、农业部肥料质量监督检验测试中心(济南)、农业部肥料质量监督检验测试中心(杭州)、农业部肥料质量监督检验测试中心(郑州)、农业部肥料质量监督检验测试中心(成都)、农业部肥料质量监督检验测试中心(沈阳)、农业部肥料质量监督检验测试中心(石家庄)、农业部肥料质量监督检验测试中心(广州)和北京市土壤肥料工作站、江西省土壤肥料技术推广站。

本部分主要起草人:辛景树、郑磊、马常宝、泉维洁、娄烽、王小琳、苟曦、明亮、郝立岩、谢小玲、朱大双、任意、卢桂菊、段霄燕、管泽民、王艳君、张钰唯、李海涛。

土壤检测

第 24 部分:土壤全氮的测定 自动定氮仪法

1 范围

本部分规定了使用自动定氮仪测定土壤全氮的方法。

本部分适用于土壤全氮含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

NY/T 52 土壤水分测定法

NY/T 1121.1 土壤检测 第 1 部分:土壤样品的采集、处理和贮存

3 方法提要

用高锰酸钾将样品中的亚硝态氮氧化为硝态氮后,再用还原铁粉使全部硝态氮还原,在加速剂的参与下,用浓硫酸消煮,经过高温分解反应,将各种含氮化合物转化为铵态氮,碱化后蒸馏出来的氨用硼酸溶液吸收,用硫酸(或盐酸)标准溶液滴定,求出土壤全氮含量。

自动定氮仪将蒸馏、滴定、结果显示或计算等功能合为一体自动完成。

4 仪器和设备

4.1 自动定氮仪。

4.2 消煮炉(温度大于 400 °C)。

4.3 天平(感量 0.000 1 g)。

4.4 与自动定氮仪配套的玻璃弯颈小漏斗。

4.5 与自动定氮仪配套的消煮管。

5 试剂和溶液

所有试剂除注明外,均为分析纯。分析用水应符合 GB/T 6682 中三级及以上水的规格要求。试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.1 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

5.2 辛醇。

5.3 硫酸溶液(1+1)。

5.4 氢氧化钠溶液($c=10$ mol/L)。

5.5 氢氧化钠溶液($c=0.1$ mol/L)。

5.6 硼酸吸收溶液[$\rho(\text{H}_3\text{BO}_3)=10$ g/L]:10 g 硼酸溶于 950 mL 约 60°C 的水中,冷却至室温后,每升

硼酸溶液中加入甲基红—溴甲酚绿混合指示剂(5.8)5 mL,并用氢氧化钠溶液(5.5)调节至红紫色(pH 约 4.5),定容至 1 L。此液放置时间不宜过长,如使用过程中 pH 有变化,需随时用稀酸或稀碱调节。

5.7 硫酸或盐酸标准滴定溶液[$c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4)=0.02 \text{ mol/L}$ 或 $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$]。

5.8 甲基红—溴甲酚绿混合指示剂:将 0.5 g 溴甲酚绿和 0.1 g 甲基红置于玛瑙研钵中,加少量乙醇(体积分数为 95%)研磨至指示剂全部溶解后,用乙醇(体积分数为 95%)定容至 100 mL。

5.9 高锰酸钾溶液[$\rho(\text{KMnO}_4)=50 \text{ g/L}$]:25 g 高锰酸钾溶于 500 mL 去离子水,储于棕色瓶中。

5.10 还原铁粉(磨细通过孔径 0.15 mm 筛)。

5.11 加速剂:100 g 硫酸钾,10 g 五水合硫酸铜,1 g 硒粉置于研钵中研细,充分混合均匀。

6 分析步骤

6.1 样品制备

按 NY/T 1121.1 的规定制备实验室样品。

6.2 水分含量的测定

按 NY/T 52 规定的方法测定试样水分含量。

6.3 消煮

6.3.1 不包括硝态氮和亚硝态氮的消煮:称取通过 0.25 mm 筛孔风干土壤样品 1 g 左右(精确到 0.000 1 g,含氮约 1 mg),将试样送入干燥的消煮管底部(勿将样品粘附在瓶壁上),滴入少量去离子水(约 0.5 mL~1 mL)湿润试样后,加入 2 g 加速剂(5.11)和 5 mL 硫酸(5.1),轻轻摇匀,在管口加回流装置或放置一弯颈玻璃小漏斗(4.4),置于消煮炉(4.2)中低温加热,待管内反应缓和时(约 10 min~15 min),再将炉温升至 360℃~380℃(炉温以将温度计放置于消煮炉内实际测量的温度为准),并以 H_2SO_4 蒸汽在瓶颈上部 1/3 处冷凝回流为宜。待消煮液和土粒全部变为灰白稍带绿色后,再继续消煮 1 h。消煮完毕,冷却,待蒸馏。

6.3.2 包括硝态氮和亚硝态氮的消煮:称取通过 0.25 mm 筛孔风干土壤样品 1 g 左右(精确到 0.000 1 g,含氮约 1 mg),将试样送入干燥的消煮管底部(勿将样品粘附在瓶壁上),加 1 mL 高锰酸钾溶液(5.9),摇动消煮管,缓缓加入 2 mL 硫酸溶液(5.3),不断转动消煮管,然后放置 5 min,再加入 1 滴辛醇(5.2)。通过长颈漏斗将 0.5 g($\pm 0.01 \text{ g}$)还原铁粉(5.10)送入消煮管底部,在管口加回流装置或放置一弯颈玻璃小漏斗(4.4),转动消煮管,使铁粉与酸接触,待剧烈反应停止时(约 5 min),将消煮管置于消煮炉上缓缓加热 45 min(瓶内土液应保持微沸以不引起大量水分丢失为宜)。停止加热,待消煮管冷却后,通过长颈漏斗加入 2 g 加速剂(5.11)和 5 mL 硫酸(5.1),摇匀。按 6.3.1 的步骤,消煮至土液全部变为黄绿色,再继续消煮 1 h。消煮完毕,冷却,待蒸馏。

6.4 氮的蒸馏和滴定

参照仪器使用说明书,使用硫酸或盐酸标准滴定溶液(5.7),设定加入水 10 mL~30 mL、氢氧化钠溶液 25 mL(5.4)和硼酸吸收溶液(5.6)20 mL~30 mL,将消煮管置于自动定氮仪上进行蒸馏、滴定。

6.5 空白试验

采用空白溶液,其他步骤同试样溶液的测定。

7 结果计算

土壤样品中全氮(N)含量,以质量分数 ω 计,数值以百分数(%)表示,按式(1)计算:

$$\omega = \frac{(V - V_0) \times C_H \times 0.014}{m(1 - f)} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

C_H ——酸标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

- V —— 滴定试样溶液所消耗的酸标准滴定液体积,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 滴定空白试样溶液所消耗的酸标准滴定液体积,单位为毫升(mL);
- 0.014——N 的摩尔质量,单位是千克每摩尔(kg/mol);
- m —— 风干试样质量,单位为克(g);
- f —— 试样水分含量,单位为百分率(%)。
- 平行测定结果以算术平均值表示,保留小数点后三位。

8 精密度

- 平行测定结果允许绝对相差 $\leq 0.004\%$ 。
- 不同实验室测定结果的绝对相差 $\leq 0.008\%$ 。
-