

土壤硝态氮测定方法

(氯化钾浸提法 流动分析仪)

一、方法原理

在碱性溶液中，硝酸盐在铜的催化作用下，被硫酸肼还原为亚硝酸盐，再和磺胺及 N-1-萘基乙二胺二盐酸盐 (NEDD) 反应生成粉红色化合物，在 550 nm 波长测定。在还原过程加磷酸是为了降低 pH，从而避免了氢氧化钙和氢氧化镁沉淀。还原剂中加锌是抑制铜和有机物配位形成络合物。MT7 模块测定高浓度的透析膜消除了样品颜色及固体颗粒的影响。

二、主要仪器

AA3 型连续流动分析仪、振荡机。

三、试剂

1. 稀释水和系统冲洗液：取 30%Brij-35 溶液 2 mL，加去离子水至 1000 mL。
2. 吸样器冲洗液：使用未加表面活性剂的纯水，如果测定土壤浸提液或其它不溶于水的物质，应使用浸提剂作为吸样器冲洗液。
3. 硫酸铜储备液：溶解 1 g 硫酸铜到 600 mL 去离子水中，定容到 1000 mL。
4. 硫酸锌储备液：溶解 10 g 硫酸锌于 600 mL 去离子水中，定容到 1000 mL。
5. 显色剂：加正磷酸 100 mL 到 500 mL 水中，混匀，再加入 10 g 磺胺和 0.5 g NEDD，搅拌直至溶解，定容至 1000 mL，保存在棕色瓶中。每周配制一次。试剂吸收值超过 0.1A 时，需重新配制。
6. 1000 mg·L⁻¹ NO₃⁻-N 标准储备液：称取 7.2180 g KNO₃，溶解后定容至 1 L。必要时，可加 2 mL 三氯甲烷防腐。

根据需要配根据根据需要配置工作曲线。如果分析土壤浸提液，工作曲线用浸提剂定容。

7. 1000 ppm NO_2^- -N 标准储备液：称取 NaNO_2 4.930 g 溶于去离子水中，定容至 1000 mL。

8. $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KCl_2 （仅用于浸提土壤）：溶解 74.5g KCl_2 到约 600 mL 水中，稀释至 1 L。稳定时间不确定。

四、操作步骤

1. 样品前处理：称取 5.00 g 新鲜土壤样品于 150 mL 三角瓶中，加 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KCl 50 mL，振荡 1 h，过滤，滤液作为待测液。同时测定鲜土的含水率。

2. 装盘：标准曲线杯由高到低依次装入样品托盘上的 1、2、3、4、5、6 等杯位（最后一杯为 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KCl ），接下来按次序放置样品杯。在将样品倒入小杯子时，注意用待测液将其润洗 2 次。

3. 安装滤光片、连接泵管与进样器：打开检测器上面的盖子，在通道 1 或通道 2（根据测定范围确定）的滤光片位置装上 550 nm 滤光片，再按照仪器使用说明连接好管线。

完成以上步骤后，按照仪器使用步骤开机（在此过程中，可编写运行文件）。

五、结果计算

$$\text{土壤 } \text{NO}_3^- \text{-N (mg} \cdot \text{kg}^{-1}) = \text{待测液测定值} \times \text{水土比} \times (1 + \text{含水率}/100)$$

六、注意事项

1. 调节硫酸肼的浓度，使相同摩尔的硝酸盐和亚硝酸盐产生相同的反应。硫酸肼太少，不能将全部的硝酸盐还原成亚硝酸盐，太多又会将亚硝酸盐还原为氮气。需要的精确浓度依赖于反应时间、温度、pH 及 Cu、Zn 的浓度以及硫酸肼的保存时间。两个或更多因子中的一个引起的浓度（建议浓度）变化是正常的。

2. 样品不含有机物时，不需要加入硫酸锌。如果不加硫酸锌，硫酸肼的浓度可能需要调节。

3. 标准溶液稀释剂和吸样器冲洗液必须和样品具有相同的组成。因此，应

使用土壤浸提剂做为标准溶液稀释剂和吸样器冲洗液。

七、参考文献

Bran-LuBBé. Continuous FLW Applications, Nitrate and Nitrite in Water, Waste Water and Soil Extracts and other aqueous samples.