

土壤铵态氮测定方法

(氯化钾浸提法 流动分析仪)

一、方法原理

样品与水杨酸盐和二氯异氰酸钠反应生成一种蓝色化合物，在 660 nm 波长测定。硝普钠做为催化剂。可以在水杨酸盐或酚盐中选择任一种方法。MT7 模块配置的透析器，能够测定高浓度样品，同时，消除了样品颜色及固体悬浮物的影响。

二、主要仪器

AA3 型连续流动分析仪、振荡机。

三、试剂

1. 缓冲溶液：溶解 40 g 柠檬酸三钠到约 600 mL 水中，稀释到 1 L，混匀后加 1 mL Brij-35。每周配一次。

2. 水杨酸钠：溶解 40 g 水杨酸钠到约 600 mL 水中，加 1 g 硝普钠，稀释到 1 L，混匀。每周配一次。

3. DCI (二氯异氰酸钠)：溶解 20 g 氢氧化钠和 3 g DCI 到约 600 mL 水中，混匀后稀释至 1 L。稳定 1 周。参看操作注意事项 4。

4. 稀释水和吸样器冲洗液：如果使用稀释操作，用含 2 mL·L⁻¹ Brij-35、曲拉通、或 2 g·L⁻¹ 十二烷基硫酸钠。

如果同时测定磷酸盐，在稀释水中不要使用 Brij-35 或曲拉通，因为这些制剂对钼蓝法有影响。

5. 吸样器冲洗液：使用不含表面活性物质的纯水，如果分析土壤浸提液或其它不溶于水的样品，使用样品浸提剂做为吸样器冲洗液。

6. 1 mol·L⁻¹ KCl₂ (仅用于浸提土壤)：溶解 74.5g KCl₂ 到约 600 mL 水中，

稀释至 1 L。稳定时间不确定。

7. $1000 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1} \text{NH}_4^+-\text{N}$ 标准溶液：称硫酸铵（A. R）4.717 g 溶于蒸馏水中定容 1000 mL。

根据需要配制标准曲线，如果分析土壤浸提液或其它不溶于水的样品，使用样品浸提剂稀释标准溶液。

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 660 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

$$\text{土壤 } \text{NH}_4^+-\text{N} \text{ 含量 } (\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}) = \text{待测液测定值} \times \text{水土比} \times (1 + \text{含水率}/100)$$

六、注意事项

1. 水杨酸试剂

水杨酸钠在酸性条件溶液中沉淀为水杨酸，因此，如果进行酸性条件下的测定（例如，磷酸盐），在测定之前，要将水杨酸钠彻底冲洗出管道，才能泵送下一个测定所需要的试剂。

2. 干扰

小分子的氨基酸和氨有相似的反应，会使结果偏高。如果所有试剂混合到一

起后，溶液 pH 没有达到12.6，可能产生这一干扰。这主要发生在强酸性的和有缓冲性的样品。强酸性和碱性样品必须在分析前基本被中和。

高浓度的金属离子会生成氢氧化物沉淀，导致重现性较差。

为了消除浸提液中有机成分（高分子量化合物）的干扰，应通过 MT7 的自动程序透析样品，也可用活性炭过滤，选择这一方法时，样品中氨浓度的改变可以被消除。样品中颗粒大于0.1 mm时，应将其过滤。

3. 最终 pH（用水杨酸试剂）12.7~12.9。如果 pH 太高，降低氢氧化钠的浓度，反之，增加氢氧化钠的浓度，确保比色溶液pH达到要求。

4. 游离氯的浓度对酚盐方法的灵敏度和相关性有很大关系。DCI 是稳定的，已确定为 ISO（国际标准化组织）标准方法。但是，次氯酸钠可选择作为氯的供给源，次氯酸溶液浓度很不稳定，合适的浓度必须通过试验测定。如果达不到要求的灵敏度和相关性，调节二氯异氰酸盐或次氯酸钠试剂达到合适的数值，最后，再检查反应混合物的pH。

七、参考文献

Bran-LuBBe. Continous FLW Applications, Ammonia in Waste Water and Soil Extracts and other aqueous samples.