

土壤碱解氮测定方法

(碱解扩散法 德国普兰德 Titrette 滴定仪)

一、方法原理

在扩散皿中，用 $1.8 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaOH}$ 水解土壤，使易水解态氮（潜在有效氮）碱解转化为 NH_3 ， NH_3 扩散后为 H_3BO_3 所吸收。 H_3BO_3 吸收液中的 NH_3 再用标准酸滴定，由此计算土壤中碱解氮的含量。

二、主要仪器

扩散皿、德国普兰德 Titrette 滴定仪、恒温箱。

三、试剂

1. $1.8 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{NaOH}$ 溶液：称取 NaOH （化学纯）72.0 g 溶于水，冷却后稀释至 1 L。
2. $20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_3\text{BO}_3$ ：称取 20 g H_3BO_3 溶解于 1 L 去离子水中。
3. $0.005 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) 标准溶液：量取 H_2SO_4 （化学纯）2.83 mL，加蒸馏水稀释至 5000 mL，然后用标准碱或硼酸标定之，此为 $0.0200 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) 标准溶液，再将此标准溶液准确地稀释 4 倍，即得 $0.005 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ($1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$) 标准溶液^(注1)。
4. 碱性胶液：取阿拉伯胶 40.0 g 和水 50 mL 在烧杯中热温至 $70\sim 80^\circ\text{C}$ ，搅拌促溶，约 1 h 后放冷。加入甘油 20 mL 和饱和 K_2CO_3 水溶液 20 mL，搅拌、放冷。离心除去泡沫和不溶物，清液贮于具塞玻璃瓶中备用。
5. 1:5 的锌粉 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 粉末：分别将 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ （化学纯）和锌粉磨细，再按 1:5 (1 份锌粉 5 份 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 混合，此试剂有效期 1 周，装入密闭瓶中。

四、操作步骤

称取通过 18 号筛 (1 mm) 风干土样 2.00 g，置于洁净的扩散皿外室，轻轻旋转扩散皿，使土样均匀地铺平，再加入 1.00 g 锌粉—硫酸亚铁。取 H_3BO_3 2 mL 放于扩散皿内室，加 1 滴定氮混合指示剂，此时，硼酸溶液应呈葡萄酒红色。然后在扩散皿外室边缘涂碱性胶液，

盖上毛玻璃^(注3)，旋转数次，使皿边与毛玻璃完全黏合。再渐渐转开毛玻璃一边，使扩散皿外室露出一条狭缝，迅速加入 $1.8 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液 10.0 mL，立即盖严，轻轻旋转扩散皿，让碱溶液盖往所有土壤。再用橡皮筋圈紧，使毛玻璃固定。随后小心平放在 $40 \pm 1^\circ\text{C}$ 恒温箱中，碱解扩散 $24 \pm 0.5 \text{ h}$ 后取出（可以观察到内室应为蓝色）内室吸收液中的 NH_3 用 0.005 或 $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) 标准液滴定^(注4)。

在样品测定的同时进行空白试验，校正试剂和滴定误差。

五、结果计算

$$\text{碱解氮(N)含量}(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}) = \frac{c(V - V_0) \times 14.0}{m} \times 10^3$$

式中：c—— $0.005 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) 标准溶液的浓度 ($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)；

V——样品滴定时用去 $0.005 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) 标准液体积 (mL)；

V_0 ——空白试验滴定时用去 $0.005 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$) 标准液体积 (mL)；

14.0——氮原子的摩尔质量 ($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$)；

m——样品质量 (g)；

10^3 ——换算系数，将 g 换算成 kg。

两次平行测定结果允许绝对相差为 $5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

六、参考文献

1. 中国科学院南京土壤研究所编. 土壤理化分析，上海：上海科学技术出版社，1978：76~78.
2. 鲍士旦主编. 土壤农化分析（第三版），北京：中国农业出版社，2000：56~58.