

F-HZ-DZ-TR-0052

土壤—硝态氮的测定—光度法

1 范围

本方法适用于土壤硝态氮的测定，测定范围为 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2 原理

土壤中的硝态氮极易随水流失而不易为土壤吸附，由于其含量与土壤通气状况相关，所以硝态氮量随季节和植物生育阶段而异。土壤硝态氮的测定常用酚二磺酸光度法，土样用饱和硫酸钙溶液浸提，取部分浸提液在微碱性条件下蒸发至干，干涸物用酚二磺酸溶液处理，此时硝态氮即与酚二磺酸生成硝基酚二磺酸。反应产物在酸性介质中无色，碱化后则为稳定的黄色盐溶液，在 400nm~425nm 波长处光度法测定。

3 试剂

3.1 酚二磺酸溶液：称取 25.0g 苯酚 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$) 置于 500mL 锥形瓶中，加入 225mL 硫酸 (ρ 1.84g/mL)，混匀，瓶口松松地加塞，置于沸水浴中加热 6h。溶液冷却后可能析出结晶，使用时需重新加热溶解，但不可加水。溶液必须贮于密闭的玻塞棕色试剂瓶中，严防吸湿。

3.2 硝态氮标准溶液：10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，称取 0.7220g 干燥的硝酸钾 (KNO_3)，精确至 0.0001g，溶于水，再加水稀释至 1000mL，为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 硝态氮标准溶液。将此标准溶液稀释 10 倍，即为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 硝态氮标准溶液。

3.3 硫酸钙 ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

3.4 碳酸钙 (CaCO_3)。

3.5 氢氧化铵 (1+1)。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 水浴锅。

4.3 振荡机。

4.4 瓷蒸发皿。

4.5 锥形瓶，500mL。

4.6 容量瓶，250mL，100mL。

5 操作步骤

5.1 待测液的制备：称取 50.00g 新鲜土样（精确至 0.01g）置于 500mL 锥形瓶中，加入 0.5g 硫酸钙和 250.00mL 水，加塞，放在振荡机上振荡 10min。然后将悬浮液的上部清液用干滤纸干过滤，澄清滤液用 250mL 容量瓶承接。同时做空白试验。

5.2 吸取 25.00mL~50.00mL 清液（含硝态氮 10 μg ~200 μg ）置于瓷蒸发皿中，加入 0.05g 碳酸钙，在水浴锅上蒸干（如有腐殖质颜色，可用水湿润后加 100g/L 过氧化氢氧化消除），到达干燥时不应继续加热。

5.3 冷却后，迅速加入 2mL 酚二磺酸溶液，将蒸发皿旋转，使溶液接触到所有的蒸干物。静置 10min 使充分作用后，加入 20mL 水，用玻璃棒搅拌直到蒸干物全部溶解。冷却后缓慢加入氢氧化铵 (1+1)，并不断搅拌至溶液呈微碱性（溶液显黄色），再多加 2mL 氢氧化铵(1+1) 以保证过量。然后将溶液移入 100mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。在分光光度计上，于 420nm 波长处，用 1cm 吸收皿测定吸光度，从工作曲线上查得相应的硝态氮量。

5.4 工作曲线：分别取 0、10、20、50、100、150、200 μg 硝态氮标准溶液置于瓷蒸发皿中，按 5.2~5.3 操作步骤操作，绘制工作曲线。

注：土样经风干或烘干易引起硝态氮变化，只能用新鲜土样测定。

6 结果计算

按下式计算土壤硝态氮量:

$$W_{\text{NO}_3\text{-N}} = \frac{C \times t}{m \times K}$$

式中:

$W_{\text{NO}_3\text{-N}}$ ——硝态氮量, mg/kg;

C ——从工作曲线上查得硝态氮量, μg ;

t ——分取倍数 (浸提液总体积 250mL/吸取浸提液体积 mL);

m ——风干土样质量, g;

K ——风干土样换算成烘干土样的水分换算系数。

7 允许差

试样进行两份平行测定, 取其算术平均值, 取整数 (<100mg/kg 者取一位小数)。两份平行测定结果允许差按表 1 规定。

表 1 硝态氮测定允许差

硝态氮量 (mg/kg)	允许差 (mg/kg)
>200	>10
50~200	2.5~10
<50	2.5

8 参考文献

[1] LY/T1230-1999.森林土壤硝态氮的测定.