

DB51

四川省地方标准

DB51/T 1975—2014

土壤碱解氮的测定

2014-11-11 发布

2014-12-01 实施

四川省质量技术监督局

发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 试剂	1
5 仪器设备	2
6 操作步骤	2
7 结果计算	2

前 言

本标准依据GB/T 1.1-2009给出的规则进行编写。

本标准由四川省农业厅提出并归口。

本标准由四川省质量技术监督局批准。

本标准起草单位：成都土壤肥料测试中心、四川省农科院土肥所、成都市农业技术推广总站。

本标准主要起草人：张辉，马红菊，苏光麒，雷建容，肖爱平，宋文琪，代天飞，刘红兵。

土壤碱解氮的测定

1 范围

本标准规定了土壤碱解氮的测定方法。
本标准适用于各类土壤碱解氮的测定。

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，仅所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 6682 分析实验用水规格和实验方法

GB/T 8170 数值修约规则

HG/T 3696 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂以及制品的选择

3 方法原理

用碱液处理土壤时，易水解的有机氮及铵态氮转化为氨，硝态氮则先经还原剂转化为铵态氮，再转化为氨，氨气扩散后被硼酸吸收，再用标准酸滴定，计算碱解氮的含量。

4 试剂

除非另有说明，本标准所用试剂均为分析纯试剂，实验用水应符合GB/T 6682三级用水的规定，所用标准溶液的配制和标定，按HG/T 3696的规定执行。

4.1 锌-硫酸亚铁还原剂：称取 50.0 g 磨细并通过 0.25 mm 孔径筛的硫酸亚铁 ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 及 10.0 g 锌粉混匀，装入棕色瓶中。用前现制。

4.2 定氮混合指示剂：称取 0.50 g 溴甲酚绿和 0.10 g 甲基红于玛瑙研钵中，研磨后溶于 100 mL 95 % 乙醇中。

4.3 硼酸指示剂溶液 [$\rho(\text{H}_3\text{BO}_3) = 20.0 \text{ g/L}$]：称取硼酸 (H_3BO_3) 20.0 g 溶于水中，稀释至 1 L。每升加入定氮混合指示剂 (4.2) 20.0 mL，然后以稀氢氧化钠溶液或稀盐酸溶液调节溶液至红紫色 (pH 约为 4.5)。每次使用前检查 pH，如 pH 发生变化，应用稀酸或稀碱调节。

4.4 碱性胶液：100 mL 甘油中投入约 5 g 氢氧化钠 (NaOH) 并搅拌均匀。

4.5 氢氧化钠溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.8 \text{ mol/L}$]：称取 72.0 g 氢氧化钠 (NaOH) 溶于约 500 mL 水中，冷却后稀释至 1 L。

4.6 氢氧化钠溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.2 \text{ mol/L}$]：称取 48.0 g 氢氧化钠 (NaOH) 溶于约 500 mL 水中，冷却后稀释至 1 L。

4.7 盐酸标准溶液 $[c(\text{HCl})=0.01\text{ mol/L}]$ 或硫酸标准溶液 $[c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.01\text{ mol/L}]$:按HG/T 3696配制0.1 mol/L盐酸或者硫酸标准溶液并标定,临用前用煮沸并冷却的水定容稀释10倍。

5 仪器设备

- 5.1 通常实验室用仪器。
- 5.2 恒温培养箱(控温在60℃以内)。
- 5.3 扩散皿(外直径10 cm,内直径9 cm,皿高2.5 cm,底厚1.0 cm。扩散皿内室外直径4.5 cm,内直径4 cm,内室净高略低于外室净高,为1.3 cm)。
- 5.4 半微量滴定管(10.00 mL)。

6 操作步骤

6.1 称取通过2 mm筛孔的风干土样2 g(精确到0.01 g)和1 g锌-硫酸亚铁还原剂(4.1)(若为水稻土,不需要加还原剂)在扩散皿外室,水平地轻轻旋转扩散皿,使土样和还原剂混匀、铺平。同时进行空白试验。

6.2 在扩散皿的内室中,加入2 mL硼酸指示剂溶液(4.3)。

注:加入硼酸指示剂溶液后,若内室溶液变为蓝色,则说明扩散皿受到污染。

6.3 在皿的外室边缘上方均匀地涂上碱性胶液(4.4),盖上毛玻璃(毛面向下),旋转数次,使毛玻璃与扩散皿边缘完全黏合,再慢慢转开毛玻璃的一边,使扩散皿外室露出一条狭缝,迅速加入10.0 mL 1.8 mol/L氢氧化钠(NaOH)溶液(4.5),立即将毛玻璃盖严。若为水稻土样品,则将1.8 mol/L氢氧化钠(NaOH)溶液(4.5)改为用1.2 mol/L氢氧化钠(NaOH)溶液(4.6)。

6.4 在实验台上水平地轻轻旋转扩散皿,使氢氧化钠溶液与土样充分混合,然后小心地用两根橡皮筋交叉成十字形圈紧,使毛玻璃固定。将扩散皿放在恒温培养箱中,于40℃±1℃保温24 h。

6.5 将扩散皿取出,小心转开毛玻璃,用半微量滴定管以0.01 mol/L的盐酸或硫酸标准溶液(4.7)滴定内室硼酸中吸收的氨量,颜色由蓝色刚变紫红色即达终点。

注:用完后的扩散皿用自来水冲洗后,放入稀盐酸或稀硫酸中浸泡,再按一般玻璃器皿洗涤方法洗涤。

7 结果计算

7.1 计算公式

$$\omega = \frac{c \times (v - v_0) \times 14}{m} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中: ω —土壤中碱解氮的含量, mg/kg;

c —盐酸或硫酸标准溶液浓度, mol/L;

v —样品测定时消耗盐酸或硫酸标准溶液的体积, mL;

v_0 —空白测定时消耗盐酸或硫酸标准溶液的体积，mL；

m —风干土样质量，g；

14—氮的毫摩尔质量，mg/mmol；

1000—换算系数；

平行测定结果以算术平均值表示，保留整数。

7.2 精密度 平行测定结果允许相对相差 $\leq 10\%$ 。

