

Research on Improvement of Determination Method of Hydrolyzable Nitrogen in Soil

Liwan Wang

Pony Testing International Group Shenzhen Co., Ltd., Shenzhen, Guangdong, 518000, China

Abstract

The determination of hydrolyzable nitrogen in soil reflects the supply intensity of available nutrients and nitrogen in soil, which is an important index in soil analysis. After repeated research and experiments, the hydrolytic nitrogen alkali hydrolysis diffusion method was improved.

Keywords

hydrolyzable nitrogen in soil; alkaline hydrolysis diffusion method; cultivation time; soil particle size

土壤中水解性氮的测定方法改进研究

王立宛

谱尼测试集团深圳有限公司, 中国 · 广东 深圳 518000

摘要

土壤中水解性氮的测定反映土壤中有效养分、氮的供应强度, 是土壤分析中的一项重要指标。经反复研究实验, 对水解性氮碱解扩散法进行了改进研究。

关键词

土壤中水解性氮; 碱解扩散法; 培养时间; 土壤粒径

1 引言

水解性氮亦称土壤有效氮, 包括铵态氮、硝态氮和部分有机物中易分解的、比较简单的氨基酸氮、酰胺以及易水解蛋白质氮。

目前, 一般常用碱解扩散法对土壤中水解性氮进行分析, 但该方法一个最大的特点就是耗时长, 经反复研究, 发现其培养时间可通过土壤粒径的改变来缩短培养时间。

2 方法原理

用 1.8mol/L 氢氧化钠溶液处理土壤, 在扩散皿中, 土壤于碱性条件下进行水解, 使易水解性氮经碱解转化为铵态氮, 扩散后由硼酸溶液吸收, 用标准酸滴定, 计算碱解氮的含量。

3 试剂

① 1.8mol/L 氢氧化钠溶液: 称取 72.0g 氢氧化钠溶于水,

定容至 1L。

② 锌 - 硫酸亚铁还原剂: 称取磨细并通过 0.25mm 筛孔的硫酸亚铁 50.0g 及 10.0g 锌粉混匀, 贮于棕色瓶中。

③ 称取 40.0g 阿拉伯胶和 50mL 水在烧杯中, 调匀, 加热到 60℃ ~ 70℃, 冷却。加入 40mL 甘油和 20mL 饱和碳酸钾水溶液, 搅匀, 冷却。离心除去不溶物 (最好放置在盛有浓硫酸的干燥器中以除去氨)。

④ 0.01mol/L 盐酸标准溶液: 量取 100.00mL 的 0.1mol/L 盐酸溶液, 用水定容至 1L。

⑤ 甲基红 - 溴甲酚绿混合指示剂: 称取 0.50g 溴钾酚绿及 0.10g 甲基红于玛瑙研钵中研细, 用少量 95% 乙醇研磨至全部溶解, 用 95% 乙醇定容到 100mL。

⑥ 硼酸 - 指示剂溶液: 称取 10.0g 硼酸, 溶于 1L 水中。使用前, 每升硼酸溶液中加入 5.0mL 甲基红 - 溴甲酚绿混合指示剂, 并用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节至红紫色 (pH 值约 4.5)。

4 仪器

电子天平、扩散皿、恒湿箱、滴定管、其他日常实验器皿。

【作者简介】王立宛 (1984-), 男, 中国浙江温州人, 本科, 工程师, 从事环境检测研究。

5 测定步骤

①称取过2mm筛得风干土壤1.00~2.00g(精确至0.01g)均匀地平铺于扩散皿外室,在土壤外室内加1g 锌-硫酸亚铁还原剂平铺土壤上(若为潜育土壤不需加还原剂)。同样做试剂空白作参比。

②加3.0mL 20g/L 硼酸-指示剂溶液于扩散皿内室。

③在扩散皿外室边缘上方涂碱性胶液,盖好毛玻璃并旋转数次,使毛玻璃与扩散皿边完全粘和。然后慢慢转开毛玻璃的一边,使扩散皿的一边露出一条狭缝,在此缺口加入10.0mL 1.8mol/L 氢氧化钠溶液于扩散皿的外室,立即用毛玻璃盖严。由于碱性胶液的碱性很强,在涂胶液时,应细心,慎防污染内室造成误差。

④水平地轻轻转动扩散皿,使外室溶液与土样充分混合,然后小心地用橡皮筋二根交叉十字形圈紧,使毛玻璃固定。放在恒温箱中,于40℃保温24h,在此期间间歇地水平轻轻转动3次。

⑤用0.01mol/L 盐酸标准溶液滴定内室硼酸中吸收的氨量,颜色由蓝变紫红,即达终点。滴定时应用细玻璃棒搅动内室溶液,不宜摇动扩散皿,以免溢出,接近终点时可用玻璃棒少沾滴定管尖端的标准酸溶液,以防滴过终点。

⑥在样品测定同时进行试剂空白和标准土样的测定。

6 方法改进

经反复试验,24h的培养时间可通过选择更细的土壤来缩短,其检测结果偏差均在允许范围内。取3组10目、60目和100目的土样,分别培养24h、12h和12h,检测结果见表1~表3。

在3种土壤粒径下,将不同培养时间下的数据均值进行比较,计算其绝对偏差或相对偏差,来确认是否符合LY/T 1228—2005方法标准的要求,具体结果见表4~表5。

表1 第一组低浓度样品结果(mg/kg)

土壤粒径	培养时间	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	均值	标准偏差	精密密度
10目	24h	36.3	35.2	35	34.5	33.6	35.1	35.4	34.8	35.3	36.4	35.2	0.77	2.19%
60目	12h	36.1	37.5	35.2	35.8	35.7	35.8	38.2	35.3	36.3	36.9	36.3	0.92	2.53%
100目	12h	34.2	38.1	37.1	36.9	38.4	36.2	36.4	36.7	37.5	38.2	37.0	1.17	3.16%

表2 第二组中间浓度样品结果(mg/kg)

土壤粒径	培养时间	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	均值	标准偏差	精密密度
10目	24h	110.8	109.3	112.5	114	108.7	109.7	105.6	107.1	108.5	107.5	109.4	2.4	2.19
60目	12h	99.2	96.8	104.3	98.3	99.2	100.3	96.3	97.4	101.3	102.8	99.6	2.48	2.49
100目	12h	108.9	112.6	115.3	110.2	108.5	107.3	106.7	110.5	113.2	118	111.1	3.44	3.1

表3 第三组高浓度样品结果(mg/kg)

土壤粒径	培养时间	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	均值	标准偏差	精密密度
10目	24h	366.1	368.3	354.8	361.2	372.3	356.8	360.8	371.9	366.8	357.4	363.6	5.99	1.65
60目	12h	312.8	322.2	331.8	318.6	314.6	316	300.4	306.4	315.4	308.3	314.7	8.27	2.63
100目	12h	370.4	366.2	368	369.7	378.5	380.3	374.6	375	369.3	374.5	372.7	4.4	1.18

表 4 不同土壤粒径不同温度下结果偏差

培养条件\水解性氮含量	<50mg/kg	50~200mg/kg	>200mg/kg
10 目培养 24h 均值	35.2	109.4	363.6
60 目培养 12h 均值	36.3	99.6	314.7
绝对偏差或相对偏差	绝对偏差 1.1mg/kg	绝对偏差 9.8mg/kg	相对偏差 7.2%
允许偏差	绝对偏差 <2.5mg/kg	绝对偏差 <10mg/kg	相对偏差 <5%
是否合格	合格	合格	不合格

表 5 不同土壤粒径不同培养时间下结果偏差

培养条件\水解性氮含量	<50mg/kg	50~200mg/kg	>200mg/kg
10 目培养 24h 均值	35.2	109.4	363.6
100 目培养 12h 均值	37	111.1	372.7
绝对偏差或相对偏差	绝对偏差 1.8 mg/kg	绝对偏差 1.6mg/kg	相对偏差 1.2%
允许偏差	绝对偏差 <2.5mg/kg	绝对偏差 <10mg/kg	相对偏差 <5%
是否合格	合格	合格	合格

7 结论

论文针对土壤中水解性氮的扩散法测试条件进行了改进研究,无论土壤中水解性氮含量的高低,发现土壤粒径 100 目的样品培养 12h 是最适合的。这种条件(100 目,培养 12h)与 10 目、24h 培养的结果基本一致,且重复性较好,精密度高。该法可有效缩短样品分析时间,提高样品分析效率。

参考文献

[1] 国家林业局.LY/T 1228—2015 森林土壤氮的测定[S].北京:中国

标准出版社,2015.

[2] 国家林业局.LY/T 1229—2015 森林土壤全氮的测定[S].北京:中国标准出版社,2015.

[3] 国家林业局.LY/T 1210—1999 森林土壤样品的采集与制备[S].北京:中国出版社,1999.

[4] 贺毅.扩散法测定土壤中的水解性氮[J].华北自然资源,2020(2):95-100.