

凯氏定氮仪测定土壤全氮的方法对比

1 前言

土壤全氮，是指土壤中各种形态氮素含量之和。包括有机态氮和无机态氮，但不包括土壤空气中的分子态氮。土壤有机物结构中结合的氮称为土壤有机态氮。土壤中未与碳结合的含氮化合物为土壤无机态氮，包括铵态氮、亚硝态氮、硝态氮、氨态氮等，一般多指铵态氮和硝态氮。大多数情况下，土壤中无机态氮数量很少、表土中一般只占全氮量的 1%~2%。本文参照《NY/T 1121.24-2012 土壤检测 第 24 部分 土壤全氮的测定 自动定氮仪法》标准，一种按照标准中 6.3.1 直接消煮步骤进行实验，一种按照标准中 6.3.2 还原后消煮步骤进行实验，验证两种方式对土壤全氮测定值是否都在标准要求范围之内。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1160/K1100F 全自动凯氏定氮仪；SH420F 石墨消解仪；电子分析天平。

2.2 试剂

硫酸（分析纯），20g/L 硼酸溶液，溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，40%氢氧化钠，混合催化剂片（3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄），0.1mol/L 硫酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1 直接消煮方法

3.1.1 取样

准确称取混匀样品 1.0g(精确值 0.1mg)左右，加入消化管，再加入混合催化剂 3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄，加入 10mL 浓硫酸。

3.1.2 消解

利用石墨消解炉进行消解，将消化管放在石墨炉上，盖上排气罩，连接废气吸收系统，消化过程采用直线升温模式，设定消解参数：

阶段	温度/°C	保持/min
1	420	60

3.1.3 测试

消化完毕后，将消化管取下冷却至室温，将消化管放置于定氮仪上。定氮仪设置程序如下：

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	滴定酸浓度
25mL	30mL	40mL	5min	100%	0.0205mol/L

3.2 还原后消煮方法

3.2.1 取样

准确称取土壤样品 1g (精确至 0.1mg)，然后将样品分别送入消化管底部，加 1mL 高锰酸钾溶液，摇动消化管，再缓缓加入 2mL1:1 硫酸，不断转动消化管，放置 5min 后再滴加 1 滴辛醇。称取约 0.5g 还原铁粉分别放入消化管底部，转动消化管，使铁粉与酸充分接触，待剧烈反应停止后，将消化管放置于石墨消解仪上 80°C 加热 45min 后取下放冷至室温，再加入混合催化剂 3gK₂SO₄、0.2gCuSO₄，加入 10mL 浓硫酸。

3.2.2 消解

利用石墨消解炉进行消解，将消化管放在石墨炉上，盖上排气罩，连接废气吸收系统，消化过程采用曲线升温模式，设定消解参数：

阶段	温度/°C	保持/min
1	200	20
2	380	60

3.2.3 测试

消化完毕后，将消化管取下冷却至室温，将消化管放置于定氮仪上。定氮仪设置程序如下：

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏量	蒸汽流量	滴定酸浓度
25mL	30mL	40mL	5min	100%	0.0205mol/L

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品名称	方法	取样量 g	氮含量%	平均值%	两种方法的绝对差值%
土样 1	6.3.1	1.0060	0.1093	0.1107	0.0014
		1.0186	0.1121		
	6.3.2	1.0183	0.1119	0.1121	
		1.0118	0.1123		
土样 2	6.3.1	1.0113	0.1257	0.1261	0.0021
		1.0231	0.1264		
	6.3.2	1.0135	0.1278	0.1282	
		1.0093	0.1286		
土样 3	6.3.1	1.0321	0.0974	0.0972	0.0017
		1.0367	0.0969		
	6.3.2	1.0097	0.0984	0.0989	
		1.0239	0.0993		
土样 4	6.3.1	1.0675	0.1025	0.1031	0.0008
		1.0421	0.1037		
	6.3.2	1.0203	0.1039	0.1039	
		1.0213	0.1038		
土样 5	6.3.1	1.0675	0.1248	0.1248	0.0017
		1.0654	0.1247		
	6.3.2	1.0266	0.1265	0.1265	
		1.0232	0.1264		
土样 6	6.3.1	1.0223	0.0986	0.0978	0.0019
		1.0245	0.0970		
	6.3.2	1.0224	0.0985	0.0997	
		1.0326	0.1009		

4.2 结论

选取的 6 种土样，分别采用 6.3.1 直接消煮和 6.3.2 还原后消煮两种方式进行实验，从结果可以看出 6.3.2 还原后消煮测定值比 6.3.1 直接消煮略高，不过差值都小于平行样的允许绝对相差范围 $\leq 0.004\%$ 之内，因此可以判定两种消解实验结果一致。

土壤全氮测试平行实验结果都符合《NY/T 1121.24-2012 土壤检测 第 24 部分 土壤全氮的测定 自动定氮仪法》中平行测定结果允许绝对相差在标准要求范围 $\leq 0.004\%$ 之内。

因此，对于某些土壤样品或者已知无机氮含量很少的土壤可以尝试采用 6.3.1 直接消煮进行氮含量测试。

参考文献

[1] NY/T 1121.24-2012 土壤检测 第 24 部分 土壤全氮的测定 自动定氮仪法[S].