

凯氏定氮仪测定植株及土壤中的氮含量

1 前言

植株(学名:Angiospermae)包括根、茎、叶等部分的成长的植物体。义同“植物”相差很大,植株更为确切,植物所指更为广泛。本实验参照标准《NY/T 2419 植株全氮测定 自动定氮仪法》及《NY/T 2017 植物中氮、磷、钾的测定》中的方法使用过氧化氢消解植株及土壤样品,以备后续检测氮、磷、钾元素。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

K1160 全自动凯氏定氮仪, SH420F 石墨消解仪, 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, 400g/L 氢氧化钠, 过氧化氢(30%), 0.02mol/L 硫酸标准滴定液。

3 实验方法

3.1.1 试样预处理

采集到的植株如需洗涤,应在刚采集的新鲜状态时用湿面部擦净表面污染物,然后用水淋洗1次~2次后尽快擦干。

3.1.2 新鲜植株制备样品

将新鲜植株剪碎,用四分法缩分后,立即在80℃~90℃鼓风干燥箱中烘15min~30min杀青,降温至60℃~70℃,烘干至易磨碎状态。样品稍冷后立即粉碎,使之全部通过0.25mm筛,密封备用。

3.1.3 风干植株制备样品

将植株剪碎,用四分法缩分后铺成薄层,在60℃~70℃鼓风干燥箱中干燥约12h至易磨碎状态。样品冷却后立即粉碎,使之全部通过0.25mm筛,密封备用。

3.1.4 土壤样品

土壤样品若为风干且颗粒较细状态,可直接取样。

3.2 取样

称取制备好的植株试样0.2g~0.5g(精确至0.1mg),土壤试样0.5g~1g,加入消化管,加入1mL水润湿。植株样品沿消化管壁加入浓硫酸5mL,土壤样品加入浓硫酸10mL。摇匀,分两次加入过氧化氢,每次2mL,摇匀,不要加盖小漏斗或排废罩,待激烈反应结束(约5min)后,置于300℃消解炉上加热消解,使固体消失成为溶液,待硫酸发白烟,固体变成褐色时(约消解1h,约剩余40min时可加盖小漏斗),停止加热,消化管取下稍冷却(约10min)

并将消解炉温度设置到 350℃。冷却后加入 10 滴过氧化氢在 350℃下消煮约 5min，冷却，再加入 10 滴过氧化氢消煮。如此重复直至溶液呈清亮或无色后（一般情况下，过氧化氢加入的总量为 6~10mL）再继续加热 5min，以除去多余的过氧化氢，将消化管取下冷却以备后续检测。

3.3 测试

定氮仪参数设置

本消解方法适合测试植株及土壤中氮磷钾中的氮测定，此消解液可后续测定磷及钾元素含量。

4 结果与讨论

4.1 实验结果

表 3 植株中氮含量测试结果

硼酸	稀释水	碱液	蒸馏时间	蒸汽流量	滴定酸浓度	结论
20mL	30mL	20mL	5min	100%	0.0200mol/L	
结果显示本次测定中氮含量为复性符合标准 2419 植株全氮测定氮仪法》中规定的	样品名称	取样重量/g	氮含量%	平均值%	RSD%	测试的植株 2.663%。重《NY/T 定自动定 平行测试
	植株（秋叶）	0.1123	2.6516	2.663	0.370	
		0.1154	2.6706			
		0.1043	2.6656			

结果相对相差≤10%，且 RSD 值为 0.370%，重复性良好。

参考文献

[1] NY/T 2419 植株全氮测定 自动定氮仪法[S].

[2] NY/T 2017 植物中氮、磷、钾的测定[S] .

注意事项

- 1) 本消解方法适合植物中氮、磷、钾的测定。
- 2) 总消解时间约为 1~3 小时，具体加热温度及时间可根据实际样品的情况适时调整。
- 3) 若消解时间过长，可适当降低取样量，能显著减少消解的时间。
- 4) 在加完过氧化氢后不应立即加盖小漏斗，应先将过氧化氢产生的水分挥发掉后再加盖小漏斗，防止小漏斗将水分冷凝后滴入较热的硫酸溶液中产生迸溅。