



中华人民共和国国家标准

GB/T 42485—2023

土壤质量 土壤硝态氮、亚硝态氮和 铵态氮的测定 氯化钾溶液 浸提手工分析法

Soil quality—Determination of nitrate, nitrite and ammonium in soils—
Extraction with potassium chloride solution and determination with
manual method

(ISO/TS 14256-1:2003, Soil quality—Determination of nitrate, nitrite and
ammonium in field-moist soils by extraction with potassium chloride
solution—Part 1: Manual method, MOD)

2023-03-17 发布

2023-10-01 实施



国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 土壤样品的保存 1

6 实验室样品 2

7 土壤样品的测定 2

 7.1 浸提 2

 7.2 硝态氮和亚硝态氮总量的测定 3

 7.3 亚硝态氮的测定 8

 7.4 铵态氮的测定 9

8 检测报告 11

参考文献 12

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件修改采用 ISO/TS 14256-1:2003《土壤质量 氯化钾溶液浸提测定新鲜土壤中的硝态氮、亚硝态氮和铵态氮 第 1 部分：手工分析法》，文件类型由 ISO 的技术规范调整为我国的国家标准。

本文件增加了“术语和定义”一章。

本文件与 ISO/TS 14256-1:2003 相比做了下述结构调整：

- 7.2.3.13、7.3.3.7、7.4.3.5 和 7.4.3.7 分别对应 ISO/TS 14256-1:2003 的 6.2.3.12.1、6.3.3.7.1、6.4.3.4.1 和 6.4.3.5.1；
- 增加的 7.2.5.1、7.2.5.2、7.2.5.3、7.2.5.4、7.2.5.5、7.2.5.6 和 7.2.6 对应 ISO/TS 14256-1:2003 的 6.2.5；
- 删除了 ISO/TS 14256-1:2003 的 6.3.3.3；
- 7.3.2 对应 ISO/TS 14256-1:2003 的 6.3.2；
- 7.4.2 对应 ISO/TS 14256-1:2003 的 6.4.2。

本文件与 ISO/TS 14256-1:2003 的技术差异及其原因如下：

- 用规范性引用的 GB/T 6682 替换了 ISO 3696（见 7.1.2.1、7.2.3.1、7.3.3.1 和 7.4.3.1），以适应我国技术条件，提高可操作性；
- 增加了基准物质的纯度要求（见 7.2.3.2、7.2.3.3、7.3.3.2 和 7.4.3.3），以提高准确度；
- 更改了基准物质的使用量（见 7.2.3.2.1、7.2.3.3.1、7.3.3.2.1 和 7.4.3.3.1），以提高准确度；
- 更改了硝态氮标准溶液的质量浓度（见 7.2.3.2.2），以与标准曲线配制相适应；
- 更改了化学试剂的浓度（见 7.2.3.5、7.2.3.8 和 7.3.3.3），以符合我国试剂标准；
- 删除了未使用到的试剂（见 ISO/TS 14256-1:2003 的 6.3.3.3）；
- 增加了可以购买商品化的镀铜镉粒使用的内容（见 7.2.4.1），以提高应用的便捷性；
- 增加了硝态氮标准溶液系列制备（见 7.2.5.1），为硝态氮多点标准曲线法做准备；
- 更改了还原步骤的描述（见 7.2.5.3），以与标准曲线法测定相适应；
- 增加了用水定容至刻度线（见 7.2.5.4、7.3.4 和 7.4.4），以提高测定准确度；
- 更改了显色剂的使用量（见 7.2.5.4、7.3.4 和 7.4.4），以满足定容体积的需求；
- 更改了校准曲线（见 7.2.5.5、7.3.4 和 7.4.4），与两点校准曲线相比，多点校准曲线可以减小误差，提高准确度；
- 更改了计算公式的表示方式（见 7.2.6、7.3.5 和 7.4.5），以与使用多点校准曲线法匹配；
- 更改了显色剂的浓度（见 7.4.3.12），以符合显色剂的使用量。

本文件做了下列编辑性改动：

- 将标准名称改为《土壤质量 土壤硝态氮、亚硝态氮和铵态氮的测定 氯化钾溶液浸提手工分析法》；
- 删除了 ISO/TS 14256-1:2003 中 6.1.4 的注；
- 删除了 ISO/TS 14256-1:2003 中 6.2.2 和 6.2.2.1 之间的悬置段。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国土壤质量标准化技术委员会(SAC/TC 404)归口。

本文件起草单位：中国科学院南京土壤研究所、南京林业大学、华东师范大学、江苏申达检验有限公司、江苏省质量和标准化研究院、常州市武进区环境监测站。

本文件主要起草人：王如海、唐昊治、韩勇、徐仁扣、俞元春、钱薇、吴电明、陈美军、段增强、陆国兴、朱小芳、赵敏、张燕琴、卞彦、周小龙。



土壤质量 土壤硝态氮、亚硝态氮和 铵态氮的测定 氯化钾溶液 浸提手工分析法

1 范围

本文件描述了采用 1 mol/L 的氯化钾溶液浸提测定新鲜土壤样品中硝态氮、亚硝态氮和铵态氮的手工分析方法。

本文件适用于通过适当方法混合均匀的所有类型的土壤样品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

ISO 11465 土壤质量 土壤干物质和水分含量的测定 重量分析法(Soil quality—Determination of dry matter and water content on a mass basis—Gravimetric method)

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

采用 1 mol/L 的氯化钾溶液浸提混合均匀的土壤样品,使用分光光度计测定溶液中硝态氮、亚硝态氮和铵态氮的浓度。

5 土壤样品的保存

土壤样品在采集过程中应防止受热升温。

土壤样品运输到实验室的过程中应无受热升温发生,宜在冷藏箱中运输,特别是在春末和夏季。

若土壤样品在 3 d 内分析,可在 4 ℃ 下保存。否则土壤样品宜在 -20 ℃ 下冷冻保存,这能使土壤样品中无机氮含量在数周内不会发生显著变化。

当用冷冻保存的样品进行测定时,应控制解冻过程的温度和持续时间。如解冻开始后 4 h 内混匀和测定,则能室温解冻;若在 4 ℃ 下解冻,解冻时间不宜超过 48 h。

解冻所需时间很大程度上受样品量影响。在冷冻保存前,土壤样品量宜尽可能减少。

6 实验室样品

原始的或者冷冻后解冻的土壤样品,经混合均匀后制备成实验室样品。混合均匀全部土壤样品,能用手工方式或者机械混合器进行混合,确保土壤样品被破碎为直径小于 5 mm 的土壤颗粒。

手工混合土壤时配戴橡胶手套。

按照 ISO 11465 方法,取部分该实验室样品测定土壤水分含量。

若新鲜土壤样品不能在规定的时段内进行分析,则应冷冻保存土壤样品。宜仅冷冻需要分析测定的土壤,并且在冷冻之前将其混合均匀(见第 5 章)。

7 土壤样品的测定

7.1 浸提

7.1.1 浸提原理

新鲜土壤样品采用 1 mol/L 的氯化钾溶液以 1 : 5 的土水比在 $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下浸提。浸提 1 h 之后,将浸提悬液离心,取上清液,测定溶液中的无机氮。

在其他气候条件下,可选择不同的恒定温度。宜在检测报告中说明所用浸提温度。

注:浸提温度恒定在 $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下进行,因为土壤样品中可浸提的铵态氮含量会受浸提过程中温度的影响。

因大多数滤纸会吸附或者含有铵态氮,优先使用离心分离。如采用滤纸过滤浸提液,则所用滤纸宜置于盛有浓硫酸或含有硫酸干燥介质的干燥器中存放至少 1 周,并应将起初的 20 mL 滤液弃去。

或者,可将浸提悬液在不超过 4°C 下静置 4 h,以得到清澈的上清液。

7.1.2 试剂

除非另有说明,本文件所有试剂均为分析纯。

7.1.2.1 实验用水,在 25°C 下电导率不高于 0.1 mS/m,符合 GB/T 6682 的二级水。

7.1.2.2 氯化钾溶液, $c(\text{KCl}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

称取 74.55 g 氯化钾(KCl)溶于水(7.1.2.1)中,并用水定容至 1 L。

7.1.3 设备

7.1.3.1 天平,精度为 0.1 g 和 0.000 1 g。

7.1.3.2 聚乙烯瓶(容积为 500 mL,带有螺口);或者不会吸附和释放硝态氮、亚硝态氮或铵态氮的其他合适容器。

7.1.3.3 翻转式振荡器(end-over-end shaker),频率为 40 次/min。

7.1.3.4 离心机,能够承载容积为 100 mL 的离心管。

7.1.3.5 聚乙烯离心管,容积为 100 mL。

7.1.3.6 玻璃锥形瓶,容积为 100 mL。

7.1.4 浸提步骤

称取 40.0 g 实验室样品于聚乙烯瓶(7.1.3.2)中,添加 200 mL 温度为 20°C 的氯化钾溶液(7.1.2.2)。在 $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下于翻转式振荡器(7.1.3.3)中振荡 1 h。将约 60 mL 浸提悬液转移至离心管

(7.1.3.5)中,并在约 3 000*g* 的离心力下于离心机(7.1.3.4)中离心 10 min。将上清液转移至玻璃锥形瓶(7.1.3.6)中,并按照以下所述步骤测定硝态氮和亚硝态氮总量、亚硝态氮和铵态氮的浓度(分别见 7.2、7.3 和 7.4)。

同时进行空白样测试,即在聚乙烯瓶(7.1.3.2)中仅添加氯化钾溶液(7.1.2.2),按照与上述土壤样品相同步骤进行操作。

上清液中的无机氮宜在浸提后的 1 d 内立即测定。如果不能完成,宜将土壤浸提液保存在不高于 4 ℃ 的冰箱中,最多保存 1 周。

7.2 硝态氮和亚硝态氮总量的测定

7.2.1 测定原理

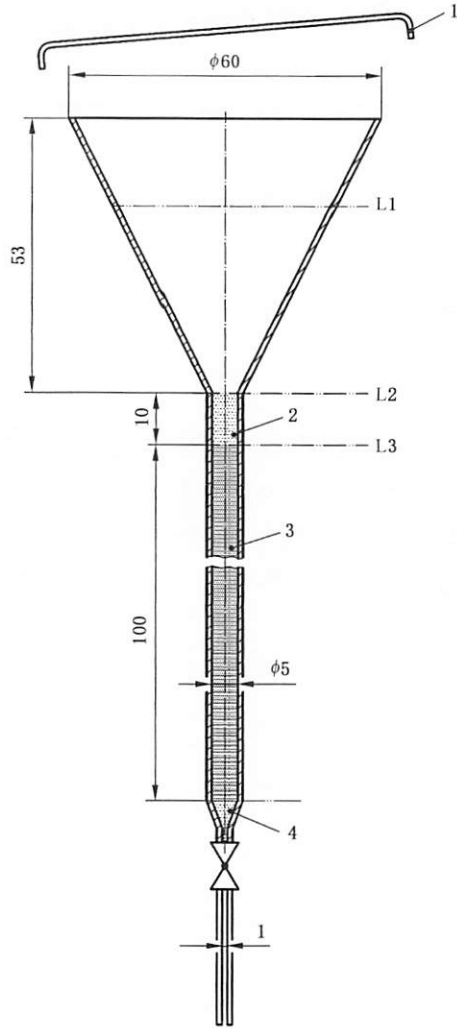
土壤浸提溶液通过装有镀铜镉粒的还原柱,将溶液中硝态氮还原为亚硝态氮。硝态氮还原产生的亚硝态氮和土壤浸提液中原来存在的亚硝态氮,在酸性条件下,与对氨基苯磺酰胺和 *N*-(1-萘基)乙二胺二盐酸盐(Griess-Ilosvay 试剂)反应形成重氮化合物。在 543 nm 波长下测定其吸光度。

在好氧条件下,土壤中亚硝态氮的含量忽略不计。在这种情况下,不必测定亚硝态氮含量,该方法直接得出硝态氮的含量。

7.2.2 设备

7.2.2.1 还原柱,见图 1。

单位为毫米



标引序号说明:

- 1 —— 盖子;
- 2,4——脱脂棉团(7.2.2.3);
- 3 ——镀铜镉粒(7.2.4.1)。

图 1 硝态氮还原为亚硝态氮的还原柱结构图

7.2.2.2 分光光度计,适用于 543 nm 波长下检测,具有 10 mm 光程的比色皿。

7.2.2.3 棉,干净、耐化学腐蚀且不含游离氮,例如脱脂棉。

7.2.2.4 pH 计,配有玻璃电极和参比电极,或者配有等同性能的复合电极。

7.2.3 试剂

7.2.3.1 实验用水,在 25 °C 下电导率不高于 0.1 mS/m,符合 GB/T 6682 的二级水。

7.2.3.2 硝酸钠(NaNO_3),基准物质。

7.2.3.2.1 硝态氮储备溶液, $\rho(\text{NO}_3-\text{N})=600 \text{ mg/L}$ 。

称取 3.640 9 g 硝酸钠(7.2.3.2)溶于水中,并用水定容至 1 L。

该溶液储存于玻璃瓶中,在 4 °C 冰箱中避光保存,在 6 个月内保持稳定。

7.2.3.2.2 硝态氮标准溶液, $\rho(\text{NO}_3-\text{N})=60.0 \text{ mg/L}$ 。

移取 10 mL 硝态氮储备溶液(7.2.3.2.1)至 100 mL 容量瓶中,并用水定容至刻度线。该溶液宜在测定当日制备。

7.2.3.3 亚硝酸钠(NaNO_2), 基准物质。

7.2.3.3.1 亚硝态氮储备溶液, $\rho(\text{NO}_2-\text{N})=600 \text{ mg/L}$ 。

称取 2.955 5 g 亚硝酸钠(7.2.3.3)溶于水,并用水定容至 1 L。

该溶液储存于玻璃瓶中,在 4 °C 冰箱中避光保存,在 6 个月内保持稳定。

7.2.3.3.2 亚硝态氮标准溶液, $\rho(\text{NO}_2-\text{N})=6.00 \text{ mg/L}$ 。

移取 10 mL 亚硝态氮储备溶液(7.2.3.3.1)至 1 L 容量瓶中,并用水定容至刻度线。该溶液宜在测定当日制备。

7.2.3.4 氯化铵, NH_4Cl 。

7.2.3.5 稀氨水溶液, $w(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O})=6\%$ 。将约 250 mL 浓氨水溶液[$w(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O})=24\%$]溶于约 500 mL 水中,用水定容至 1 L。

7.2.3.6 氯化铵缓冲溶液($\text{pH}=8.7\sim 8.8$)。

7.2.3.6.1 氯化铵缓冲溶液储备液, $\rho(\text{NH}_4\text{Cl})=100 \text{ g/L}$ 。

称取 100 g 氯化铵(7.2.3.4)溶于约 0.8 L 水中,转移至 1 L 容量瓶中,使用稀氨水溶液(7.2.3.5)调节 pH 至 8.7~8.8,并用水定容至 1 L。

7.2.3.6.2 氯化铵缓冲溶液稀释液, $\rho(\text{NH}_4\text{Cl})=10 \text{ g/L}$ 。

用水将 100 mL 氯化铵缓冲溶液储备液(7.2.3.6.1)稀释至 1 L。

7.2.3.7 粗镉粒(粒径 0.3 mm~0.8 mm)。

7.2.3.8 磷酸, $w(\text{H}_3\text{PO}_4)=85\%$ 。

7.2.3.9 盐酸, $\rho(\text{HCl})=1.12 \text{ g/mL}$ 。

7.2.3.10 对氨基苯磺酰胺, $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$ 。

7.2.3.11 对氨基苯磺酰胺溶液:添加 200 mL 磷酸(7.2.3.8)于约 600 mL 水中,搅匀后向其中溶解 80 g 对氨基苯磺酰胺(7.2.3.10)。将溶液转移至 1 L 容量瓶中,用水定容至刻度线。该溶液储存于冰箱中,能在 1 年内保持稳定。

7.2.3.12 N-(1-萘基)乙二胺二盐酸盐, $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{Cl}_2$ 。

7.2.3.13 N-(1-萘基)乙二胺二盐酸盐溶液:称取 0.40 g N-(1-萘基)乙二胺二盐酸盐(7.2.3.12)溶于 100 mL 水中。该溶液应储存在 4 °C 冰箱中。如果其颜色变黑,则该溶液废弃不用。

7.2.3.14 显色剂:将 20 mL 对氨基苯磺酰胺溶液(7.2.3.11)、20 mL N-(1-萘基)乙二胺二盐酸盐溶液(7.2.3.13)和 20 mL 磷酸(7.2.3.8)混合。该溶液储存在 4 °C 冰箱中。如果其颜色变黑,则该溶液废弃不用。

7.2.3.15 硫酸铜, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 。

7.2.4 还原柱的准备

7.2.4.1 镀铜镉粒的制备

用盐酸(7.2.3.9)将约 10 g 镉粒(7.2.3.7)浸没并搅拌 10 min,再用水至少洗涤 5 次。

用水将镉粒浸没,再添加约 0.5 g 硫酸铜(7.2.3.15)并搅拌 1 min,再用水至少洗涤 10 次,直到洗去所有絮凝的黑色铜。

再用盐酸(7.2.3.9)将镉粒浸没并搅拌 1 min,用水至少洗涤 5 次。使用前镀铜镉粒应保持在水中。经过制备的镀铜镉粒应在 1 h 内用来装配还原柱(7.2.4.2)。

也可直接购买商品化的镀铜镉粒使用。

7.2.4.2 还原柱的装配

还原柱大小如图 1 所示。为了便于填充和倒空,还原柱宜使用玻璃或石英材质。

在还原柱的底部放置一团脱脂棉(7.2.2.3),然后向还原柱内注水,直到水位达到 L1 位置,关闭活塞。再向还原柱中缓慢添加镀铜镉粒(7.2.4.1),直到达到 L3 位置。再向还原柱的顶部放置一团脱脂棉(见图 1)。

填充镀铜镉粒过程中可轻敲还原柱,以稳定镉粒。

注 1: 当液面降至 L2 位置时,脱脂棉团会阻止溶液进一步下降。脱脂棉团同时具有过滤作用,必要时能更换。

如果还原柱 1 h 内不使用,向其中加入氯化铵缓冲溶液稀释液(7.2.3.6.2),使液面达到 L1 位置。然后排出约 2 mL,再关闭旋塞。在漏斗的表面放置一个盖子,以避免蒸发并防尘,还原柱能保存数周。再次使用之前,请根据 7.2.5.6 检查还原柱的还原效果。

注 2: 如果已制备的镀铜镉粒不需要立即填充入柱,将其干燥储存,以便下次装配还原柱。

7.2.5 分析步骤

7.2.5.1 标准溶液的制备

分别吸取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 质量浓度为 60.0 mg/L 的硝态氮标准溶液(7.2.3.2.2)于一组 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度线,充分混匀。得到硝态氮质量浓度分别为 0 mg/L、1.20 mg/L、2.40 mg/L、3.60 mg/L、4.80 mg/L、6.00 mg/L 的系列标准溶液。按照还原步骤(7.2.5.3),吸取上述溶液还原后作为校准曲线系列。

7.2.5.2 每批分析前还原柱的准备

打开旋塞。让氯化铵缓冲溶液全部流出还原柱。必要时,用水清洗掉表面形成的盐。

再分别用以下溶液通过还原柱:

——20 mL 氯化铵缓冲溶液稀释液(7.2.3.6.2);

——20 mL 氯化铵缓冲溶液储备液(7.2.3.6.1);

——20 mL 氯化铵缓冲溶液稀释液(7.2.3.6.2)。

当这些体积的缓冲液通过后,还原柱就可以开始一系列样品的还原步骤。

7.2.5.3 还原步骤

关闭旋塞。吸取 1.00 mL 硝态氮系列标准溶液(7.2.5.1)或土壤浸提液(7.1.4)或空白浸提液(7.1.4)或亚硝态氮标准溶液(7.2.3.3.2)于还原柱中。在还原柱下方放置 50 mL 的容量瓶,用于收集溶液。

打开旋塞,当液面降至 L2 位置处(见图 1),即脱脂棉团(7.2.2.3)的顶部时关闭旋塞。向漏斗中添加 10 mL 氯化铵缓冲溶液稀释液(7.2.3.6.2),打开旋塞,并收集洗脱液。当液面降至 L2 位置处时,再次向漏斗中添加 20 mL 氯化铵缓冲溶液稀释液(7.2.3.6.2),继续收集洗脱液(见图 1)。当液面降至 L2 位置处时,移除容量瓶。最后,用 10 mL 氯化铵缓冲溶液稀释液(7.2.3.6.2)清洗还原柱。

7.2.5.4 显色

向盛有洗脱液的每个容量瓶中添加 0.32 mL 显色剂(7.2.3.14),再用水定容至刻度线,充分混匀。室温下静置 60 min~90 min。

7.2.5.5 分光光度法测定

使用分光光度计(7.2.2.2),在 543 nm 波长下测定硝态氮校准曲线系列溶液、土壤浸提液、空白浸提液和亚硝态氮标准溶液(7.2.3.3.2)经显色后的吸光度。

参与还原的系列标准溶液硝态氮含量分别为 0 μg 、1.20 μg 、2.40 μg 、3.60 μg 、4.80 μg 、6.00 μg 。以硝态氮含量(μg)为纵坐标,扣除零浓度的校正吸光度为横坐标,绘制校准曲线。

土壤浸提液中硝态氮和亚硝态氮总量的浓度不宜超过校准曲线的线性范围。如果超过校准曲线的线性范围,则使用氯化钾溶液(7.1.2.2)适当稀释土壤浸提液,并重新按照以上步骤(7.2.5.3~7.2.5.5)测定。

7.2.5.6 硝态氮还原效果评估

按照上述测定步骤,将 6.00 mg/L 硝态氮(系列标准溶液最高点)的吸光度与 6.00 mg/L 亚硝态氮标准溶液(7.2.3.3.2)的吸光度进行对比。它们相差不宜大于 5%。如果相差大于 5%,则从柱中移出镀铜颗粒,并根据 7.2.4 重新制备。

7.2.6 计算

土壤中硝态氮和亚硝态氮总量的质量分数 $w[(\text{NO}_3 + \text{NO}_2)\text{-N}]$,以每千克烘干土中氮毫克数表示,根据公式(1)计算:

$$w[(\text{NO}_3 + \text{NO}_2)\text{-N}] = \frac{m_1 - m_0}{V} \times D \times R \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w[(\text{NO}_3 + \text{NO}_2)\text{-N}]$ ——土壤中硝态氮和亚硝态氮总量的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_1 ——从校准曲线上查得的土壤浸提液中硝态氮和亚硝态氮总量的含量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线上查得的空白浸提液中硝态氮和亚硝态氮总量的含量,单位为微克(μg);

V ——吸取参与显色的土壤浸提液的体积,单位为毫升(mL);

D ——稀释倍数,应稀释原始土壤浸提液时使用,通过稀释土壤浸提液的最终体积除以用来进行稀释的土壤浸提液的体积得出;

R ——浸提后溶液体积与烘干土的质量之比,以每克干土中浸提溶液的体积表示,单位为毫升每克(mL/g),根据公式(2)计算:

$$R = \frac{V_{\text{ES}}}{m_s} \times \left(1 + \frac{w_w}{100}\right) + \frac{w_w}{100} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_{ES} ——添加浸提液的体积,单位为毫升(mL);

m_s ——用于浸提的新鲜土壤样品的质量,单位为克(g);

w_w ——基于烘干法测定的水分含量的质量分数(烘干基),按照 ISO 11465 测定,新鲜土壤中水分质量与干土质量之比再乘以 100 的值,以百分数(%)计。

注 1: 与浸提液的体积相比,新鲜土壤中水分会显著增加土壤浸提液的体积。计算公式(2)中考虑这一点,将添加浸提液体积与干土质量之比加上新鲜土壤中水分体积与干土质量之比。

注 2: 按照以上的方法(见 7.1), $V_{ES}=200\text{ mL}$, $m_s=40\text{ g}$ 。

7.3 亚硝态氮的测定

7.3.1 测定原理

在酸性条件下,土壤浸提液中的亚硝态氮与对氨基苯磺酰胺和 *N*-(1-萘基)乙二胺二盐酸盐(Griess-Ilosvay 试剂)反应形成重氮化合物。在 543 nm 的波长下测定其吸光度。

7.3.2 设备

分光光度计,适用于 543 nm 波长下检测,具有 10 mm 光程的比色皿。

7.3.3 试剂

7.3.3.1 实验用水,在 25 °C 下电导率不高于 0.1 mS/m,符合 GB/T 6682 的二级水。

7.3.3.2 亚硝酸钠(NaNO_2),基准物质。

7.3.3.2.1 亚硝态氮储备溶液, $\rho(\text{NO}_2-\text{N})=600\text{ mg/L}$ 。

称取 2.955 5 g 亚硝酸钠(7.3.3.2),溶于水中,并用水定容至 1 L。

该溶液储存于玻璃瓶中,在 4 °C 冰箱中避光保存,在 6 个月内保持稳定。

7.3.3.2.2 亚硝态氮标准溶液, $\rho(\text{NO}_2-\text{N})=0.60\text{ mg/L}$ 。

移取 10 mL 亚硝态氮储备溶液(7.3.3.2.1)至 1 L 容量瓶中,并用水定容至刻度线。吸取 10 mL 上述溶液至 100 mL 容量瓶中,并用水定容至刻度线。该溶液宜在测定当日制备。

7.3.3.3 磷酸, $w(\text{H}_3\text{PO}_4)=85\%$ 。

7.3.3.4 对氨基苯磺酰胺, $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$ 。

7.3.3.5 对氨基苯磺酰胺溶液:添加 200 mL 磷酸(7.3.3.3)于约 600 mL 水中,搅匀后向其中溶解 80 g 对氨基苯磺酰胺(7.3.3.4)。将溶液转移至 1 L 容量瓶中,用水定容至刻度线。该溶液储存于 4 °C 冰箱中,能在 1 年内保持稳定。

7.3.3.6 *N*-(1-萘基)乙二胺二盐酸盐, $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{Cl}_2$ 。

7.3.3.7 *N*-(1-萘基)乙二胺二盐酸盐溶液:称取 0.40 g *N*-(1-萘基)乙二胺二盐酸盐(7.3.3.6),溶于 100 mL 水中。该溶液应储存在 4 °C 冰箱中。如果其颜色变黑,则该溶液废弃不用。

7.3.3.8 显色剂:将 20 mL 对氨基苯磺酰胺溶液(7.3.3.5)、20 mL *N*-(1-萘基)乙二胺二盐酸盐溶液(7.3.3.7)和 20 mL 磷酸(7.3.3.3)混匀。该溶液储存在 4 °C 冰箱中。如果其颜色变黑,则该溶液废弃不用。

7.3.4 分析步骤

分别吸取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 质量浓度为 0.60 mg/L 的亚硝态氮标准溶液(7.3.3.2.2)于一组 25 mL 容量瓶中,作为校准曲线系列。其亚硝态氮含量分别为 0 μg 、1.20 μg 、2.40 μg 、3.60 μg 、4.80 μg 、6.00 μg 。分别吸取 1.00 mL 土壤浸提液(7.1.4)或空白浸提液(7.1.4)于另一组 25 mL 容量瓶中。

向上述每个容量瓶中添加水至 20 mL。混匀后再添加 0.23 mL 显色剂(7.3.3.8),用水定容至刻度线,充分混匀。在室温下静置 60 min~90 min。

使用分光光度计(7.3.2),在 543 nm 波长下测定亚硝态氮校准曲线系列溶液、土壤浸提液和空白浸提液经显色后的吸光度。以亚硝态氮含量(μg)为纵坐标,扣除零浓度的校正吸光度为横坐标,绘制校准曲线。

土壤浸提液中亚硝态氮的浓度不宜超过校准曲线的线性范围。如果超过校准曲线的线性范围,则使用氯化钾溶液(7.1.2.2)适当地稀释土壤浸提液,并重新测定。

7.3.5 计算

土壤中亚硝态氮的质量分数 $w(\text{NO}_2\text{-N})$,以每千克烘干土中氮毫克数表示,根据公式(3)计算:

$$w(\text{NO}_2\text{-N}) = \frac{m_1 - m_0}{V} \times D \times R \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $w(\text{NO}_2\text{-N})$ ——土壤中亚硝态氮的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);
- m_1 ——从校准曲线上查得的土壤浸提液中亚硝态氮的含量,单位为微克(μg);
- m_0 ——从校准曲线上查得的空白浸提液中亚硝态氮的含量,单位为微克(μg);
- V ——吸取参与显色的土壤浸提液的体积,单位为毫升(mL);
- D ——稀释倍数,应稀释原始土壤浸提液时使用,通过稀释土壤浸提液的最终体积除以用来进行稀释的土壤浸提液的体积得出;
- R ——浸提后溶液体积与烘干土的质量之比,以每克干土中浸提溶液的体积表示,单位为毫升每克(mL/g)根据公式(2)计算。

7.4 铵态氮的测定

7.4.1 测定原理

在碱性条件下,土壤溶液中的铵离子和被浸提液从土壤表面解吸的铵离子与次氯酸离子形成单氯胺,再与苯酚反应形成靛酚蓝络合物,并在 630 nm 的波长下测定该络合物的吸光度。

7.4.2 设备

分光光度计,适用于 630 nm 波长下检测,具有 10 mm 光程的比色皿。

7.4.3 试剂

7.4.3.1 实验用水,在 25 °C 下电导率不高于 0.1 mS/m,符合 GB/T 6682 的二级水。

7.4.3.2 硫酸, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=1.84 \text{ g/mL}$ 。

7.4.3.3 氯化铵(NH_4Cl),基准物质。

7.4.3.3.1 铵态氮储备溶液, $\rho(\text{NH}_4\text{-N})=200 \text{ mg/L}$ 。

称取 0.763 8 g 氯化铵(7.4.3.3)溶于水中,添加 0.30 mL 硫酸(7.4.3.2)以防止储存过程中微生物活动,再用水定容至 1 L。

该溶液储存于玻璃瓶,在 4 °C 冰箱中避光保存,在 1 个月内保持稳定。

7.4.3.3.2 铵态氮标准溶液, $\rho(\text{NH}_4\text{-N})=2.00 \text{ mg/L}$ 。

移取 2.50 mL 铵态氮储备溶液(7.4.3.3.1)至 250 mL 容量瓶中,并用水定容至刻度线。该溶液宜在

测定当日制备。

7.4.3.4 苯酚, $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ 。

7.4.3.5 苯酚溶液, $\rho(\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}) = 70 \text{ g/L}$ 。

称取 70 g 苯酚(7.4.3.4)溶于 1 L 水中。该溶液储存于玻璃瓶中,在 4 °C 冰箱中避光保存,在 1 年内保持稳定。

7.4.3.6 二水合亚硝基铁氰化钠, $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

7.4.3.7 亚硝基铁氰化钠溶液, $\rho\{\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}\} = 0.8 \text{ g/L}$ 。

称取 0.8 g 二水合亚硝基铁氰化钠(7.4.3.6)溶于 1 L 水中。该溶液储存于玻璃瓶中,在 4 °C 冰箱中避光保存,在 3 个月内保持稳定。

7.4.3.8 二水合柠檬酸三钠, $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

7.4.3.9 氢氧化钠, NaOH 。

7.4.3.10 缓冲溶液:称取 280 g 柠檬酸三钠(7.4.3.8)和 22.0 g 氢氧化钠(7.4.3.9)溶解于约 500 mL 水中,用水定容至 1 L。

7.4.3.11 二氯异氰尿酸钠盐二水合物, $\text{C}_3\text{Cl}_2\text{N}_3\text{NaO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 。

7.4.3.12 显色剂 1:将 15 mL 苯酚溶液(7.4.3.5)和 15 mL 亚硝基铁氰化钠溶液(7.4.3.7)与 360 mL 水混匀。该溶液应在使用前制备。

7.4.3.13 显色剂 2:称取 5.0 g 二氯异氰尿酸钠盐(7.4.3.11)溶于 1 L 缓冲溶液(7.4.3.10)中。该溶液储存于 4 °C 冰箱中,能在 1 个月内保持稳定。

7.4.4 分析步骤

分别吸取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 质量浓度为 2.00 mg/L 的铵态氮标准溶液(7.4.3.3.2)于一组 50 mL 容量瓶中,加水至 10 mL,作为校准曲线系列。其铵态氮含量分别为 0 μg 、4.00 μg 、8.00 μg 、12.00 μg 、16.00 μg 、20.00 μg 。分别吸取 10.0 mL 土壤浸提液(7.1.4)或者空白浸提液(7.1.4)于另一组 50 mL 容量瓶中。

向上述每个容量瓶中添加 20 mL 显色剂 1(7.4.3.12),混匀后静置 15 min。然后向每个容量瓶中添加 1.00 mL 显色剂 2(7.4.3.13),再用水定容至刻度线,充分混匀。溶液在 15 °C ~ 35 °C 条件下应至少静置 5 h。

使用分光光度计(7.4.2),在 630 nm 波长下测定铵态氮校准曲线系列溶液、土壤浸提液和空白浸提液经显色后的吸光度。以铵态氮含量(μg)为纵坐标,扣除零浓度的校正吸光度为横坐标,绘制校准曲线。

土壤浸提液中铵态氮的浓度不宜超过校准曲线的线性范围。如果超过校准曲线的线性范围,则使用氯化钾溶液(7.1.2.2)适当地稀释土壤浸提液,并重新测定。

7.4.5 计算

土壤中铵态氮的质量分数 $w(\text{NH}_4\text{-N})$,以每千克烘干土中氮毫克数表示,根据公式(4)计算:

$$w(\text{NH}_4\text{-N}) = \frac{m_1 - m_0}{V} \times D \times R \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$w(\text{NH}_4\text{-N})$ ——土壤中铵态氮的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_1 ——从校准曲线上查得的土壤浸提液中铵态氮的含量,单位为微克(μg);

- m_0 —— 从校准曲线上查得的空白浸提液中铵态氮的含量,单位为微克(μg);
- V —— 吸取参与显色的土壤浸提液的体积,单位为毫升(mL);
- D —— 稀释倍数,应稀释原始土壤浸提液时使用,通过稀释土壤浸提液的最终体积除以用来进行稀释的土壤浸提液的体积得出;
- R —— 浸提后溶液体积与烘干土的质量之比,以每克干土中浸提溶液的体积表示,单位为毫升每克(mL/g),根据公式(2)计算。

8 检测报告

检测报告应包含以下信息:

- a) 分析方法按照本文件;
- b) 完整的土壤样品信息;
- c) 检测结果;
- d) 本文件没有特别指出的其他详细信息或可对结果造成影响的任何详细信息,例如浸提液温度等。

参 考 文 献

- [1] 中国土壤学会. 土壤农业化学分析方法[M]. 北京: 中国农业科技出版社, 2000.
 - [2] GRASSHOFF, K. Zur Bestimmung von Nitrat in Meer-und Trinkwasser. Kieler Meeresforschung 20, 1964, pp. 5-11.
 - [3] GRASSHOFF K, JOHANNSEN H. A new sensitive and direct method for the automatic determination of ammonia in sea water. J. Cons., Cons. Int. Explor. Mer, 34, 1972, pp. 516-521.
 - [4] PATTON C J, CROUCH S R. Spectrophotometric and kinetics investigation of Berthelot reaction for determination of ammonia. Anal. Chem., 49, 1977, pp. 464-468.
 - [5] SOLORZANO L. Determination of ammonia in natural waters by phenol-hypochlorite method. Limnol. Oceanogr. 14, 1969, pp. 799-801.
 - [6] STRICKLAND J D H, PARSONS T R. A practical handbook of sea water analysis. Bull. Fish. Res. Bd. Can. 167, 1972, p. 311.
 - [7] WOOD E D, ARMSTRONG F A J, RICHARDS F A. Determination of nitrate in sea water by cadmium-copper reduction to nitrite. J. Marine Biol. Ass. U.K. 47, 1967, pp. 23-31.
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
土壤质量 土壤硝态氮、亚硝态氮和
铵态氮的测定 氯化钾溶液
浸提手工分析法
GB/T 42485—2023

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 33 千字
2023年3月第一版 2023年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-72470 定价 31.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 42485—2023



码上扫一扫 正版服务到