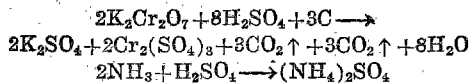
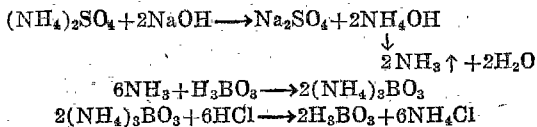


氮素为植物生长发育过程中最需要的三要素之一，因此测定土壤中氮素的含量从而判断土壤肥力高低和作为施肥的参考，不论在理论上和生产实践上均具有重要的意义。

(一)原理：用濃硫酸消費土壤，使其中有机物質脫水变为碳素，然后加入飽和重鉻酸鉀氧化碳素变为二氧化碳，氮与硫酸則形成硫酸銨。其反应如下：



所形成硫酸銨溶液中加入濃碱并加热使氨逸出，再用硼酸吸收，最后用鹽酸滴定，其反应如下：



(二) 試剂

1. 濃硫酸(比重 1.84)。
2. 飽和重鉻酸鉀——1,000 毫升水中加入 120 克重鉻酸鉀。
3. 3% 硼酸溶液——1,000 毫

升水中溶解 30 克硼酸，如不能全部溶解，可稍加热使其溶解。

4. 0.05N HCl——量取 4.1 毫升濃鹽酸稀釋到 1,000 毫升。用 0.05N NaOH 或 Na₂CO₃ 标准溶液滴定(用甲基橙作指示剂)。

5. 0.05N 碳酸鈉溶液——称取 5.3 克无水 Na₂CO₃ 先溶解在 800 毫升蒸餾水中，然后稀釋到 1,000 毫升。

6. 45% 氫氧化鈉溶液——称 450 克工業用氫氧化鈉溶解在 1,000 毫升蒸餾水中，用玻璃絲過濾到涂有蜡質的玻璃瓶中。

7. 鋅粒或鋅片。

8. 混合指示剂：(1) 0.1% 溴甲酚綠酒精溶液——称取溴甲酚綠 0.1 克溶解在 100 毫升 95% 酒精中；(2) 0.1% 甲基紅酒精溶液——称取 0.1 克 甲基紅置瑪瑙研钵中，加入少許 95% 酒精充分研磨，然后用 95% 酒精稀釋到 100 毫升。

將(1) (2) 二种指示剂按 5:1 混合即成。

(三) 步驟

1. 称取土样 0.5 克用光滑紙卷成圓筒倒入 100 毫升凱氏燒瓶中。

2. 加入 3 毫升濃硫酸，瓶口盖上一个小漏斗放入通风厨內加热至沸，保持微沸 5 分鐘(如土壤中所含有机質特別丰富，硫酸用量应适当增加)，取出稍为冷却。

3. 加入 3 毫升飽和重鉻酸鉀溶液(如有机質丰富的土壤其用量应适当增加)，加热至沸，保持微沸 10 分

鐘，稍冷却用蒸餾水稍为稀釋。

4. 將消化好的凱氏燒瓶 接上蒸餾器，另取 100 毫升三角瓶盛入 20 毫升 3% 硼酸溶液，加入 2 滴混合指示剂，置于冷凝管下端。

5. 加入一小粒鋅粒于凱氏瓶中，从“Y”管加入 45% NaOH 15 毫升(如硫酸用量增加时按 1:4 加入)，隨即关闭橡皮管。

6. 开始通入蒸汽蒸餾至硼酸溶液变成淡藍綠色，并用石蕊試紙檢查有无氨，如顏色不变，証明氨蒸餾完毕(在蒸汽充足条件之下 7—10 分鐘即可蒸餾完毕)。

7. 用水冲洗冷凝管及其下端玻璃管，其用量不宜过多。

8. 用 0.05N HCl 滴定至微紅色(淡藍綠色—黃白—微紅色)，精確記下其用量。

9. 同样条件，不加土样作空白試驗。

10. 計算：

$$N(\text{氮})\% = \frac{N(V - V_1) \times 0.014}{\text{土重(克)}} \times 100$$

N——HCl 的当量濃度 V——滴定时标准 HCl 的用量
V₁——空白試驗 HCl 的用量 0.014——1 毫克当量的 HCl 相当于 0.014 克氮。

(四) 点滴經驗

1. 此法是根据重鉻酸鉀法改用半微量法，所以减少大量藥品用量，节省硫酸、重鉻酸鉀、氫氧化鈉的用量三分之二，硼酸用量三分之一(表 1)。

2. 采用半微量法和流水作業法可以縮短蒸餾時間，其方法是分批蒸餾。由于蒸汽集中使用可以在 7—10 分鐘蒸餾好一批(2—3 个)样品，这样連續不断蒸餾可以提高工作效率。

土壤中全氮測定法

——半微量蒸汽蒸餾法——

· 楊珍基 ·

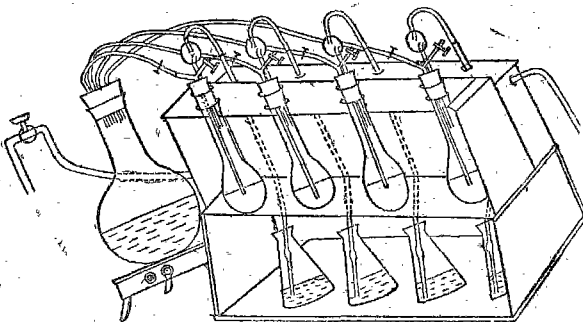


图 1 蒸餾裝置图

表 1 硫酸、重鉻酸鉀不同用量(毫升)对比試驗

田間号碼	土重(克)	濃硫酸用量	飽和重鉻酸鉀用量	45% 氫氧化鈉用量	3% 硼酸用量	全氮量 %	絕對誤差
4 号田	2.0	10	10	45	30	0.137	
-2	0.5	3	3	15	20	0.138	0.001
III 号	2.0	10	10	45	30	0.110	
1-7	0.5	3	3	15	20	0.111	0.001