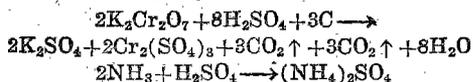
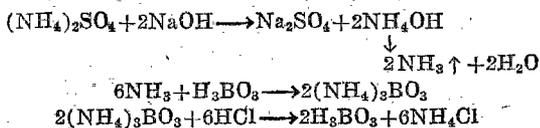


氮素为植物生长发育过程中最需要的三要素之一，因此测定土壤中氮素的含量从而判断土壤肥力高低和作为施肥的参考，不论在理论上和生产实践上都具有重要的意义。

(一)原理：用浓硫酸消煮土壤，使其中有机物质脱水变为碳素，然后加入饱和重铬酸钾氧化碳素变为二氧化碳，氮与硫酸则形成硫酸铵。其反应如下：



所形成硫酸铵溶液中加入浓碱并加热使氨逸出，再用硼酸吸收，最后用盐酸滴定，其反应如下：



(二) 试剂

1. 浓硫酸(比重1.84)。
2. 饱和重铬酸钾——1,000毫升水中加入120克重铬酸钾。

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毫升浓盐酸稀释到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 碳酸钠溶液——称取5.3克无水Na₂CO₃先溶解在800毫升蒸馏水中，然后稀释到1,000毫升。

6. 45% 氢氧化钠溶液——称450克工业用氢氧化钠溶解在1,000毫升蒸馏水中，用玻璃丝过滤到涂有蜡质的玻璃瓶中。

7. 锌粒或锌片。

8. 混合指示剂：(1) 0.1% 溴甲酚绿酒精溶液——称取溴甲酚绿0.1克溶解在100毫升95%酒精中；(2) 0.1% 甲基红酒精溶液——称取0.1克甲基红置玛瑙研钵中，加入少许95%酒精充分研磨，然后用95%酒精稀释到100毫升。

将(1)(2)二种指示剂按5:1混合即成。

(三) 步骤

1. 称取土样0.5克用光滑纸卷成圆筒倒入100毫升凯氏烧瓶中。

2. 加入3毫升浓硫酸，瓶口盖一个小漏斗放入通风橱内加热至沸，保持微沸5分钟(如土壤中所含有机质特别丰富，硫酸用量应适当增加)，取出稍为冷却。

3. 加入3毫升饱和重铬酸钾溶液(如有机质丰富的土壤其用量应适当增加)，加热至沸，保持微沸10分

钟，稍冷却用蒸馏水稍为稀释。

4. 将消化好的凯氏烧瓶接上蒸馏器，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. 加入一小粒锌粒于凯氏瓶中，从“Y”管加入45%NaOH 15毫升(如硫酸用量增加时按1:4加入)，随即关闭橡皮管。

6. 开始通入蒸汽蒸馏至硼酸溶液变成淡蓝绿色，并用石蕊试纸检查有无氨，如颜色不变，证明氨蒸馏完毕(在蒸汽充足条件之下7—10分钟即可蒸馏完毕)。

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 滴定至微红色(淡蓝绿色—黄白—微红色)，精确记下其用量。

9. 同样条件，不加土样作空白试验。

10. 计算：

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

N——HCl的当量浓度 V——滴定时标准HCl的用量
V₁——空白试验HCl的用量 0.014——1毫克当量的HCl相当于0.014克氮。

(四) 点滴经验

1. 此法是根据重铬酸钾法改用半微量法，所以减少大量药品用量，节省硫酸、重铬酸钾、氢氧化钠的用量三分之二，硼酸用量三分之一(表1)。

2. 采用半微量法和流水作业法可以缩短蒸馏时间，其方法是分批蒸馏。由于蒸汽集中使用可以在7—10分钟蒸馏好一批(2—3个)样品，这样连续不断蒸馏可以提高工作效率。

土壤中全氮测定法

——半微量蒸汽蒸馏法——

· 楊珍基 ·

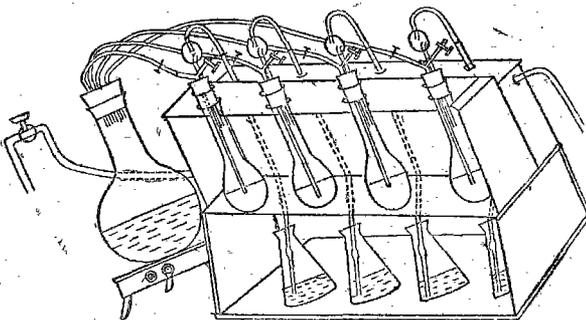


图1 蒸馏装置图

表1 硫酸、重铬酸钾不同用量(毫升)对比试验

田間號碼	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
IIIg 1-7	2.0	10	10	45	30	0.110	
	0.5	3	3	15	20	0.111	0.001