



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国土壤质量标准化技术委员会(SAC/TC 404)归口。

本标准起草单位:中国科学院南京土壤研究所、中国科学院亚热带农业生态研究所、中国科学院西双版纳热带植物园、中国科学院遗传与发育生物学研究所、中国科学院东北地理与农业生态研究所、中国科学院沈阳应用生态研究所、中国科学院植物研究所、江苏省标准化研究院。

本标准主要起草人:孙波、宋歌、张玉铭、陈安磊、付昀、韩勇、宗海宏、乔云发、张岩、何念鹏、郑重。



## 土壤硝态氮的测定 紫外分光光度法

### 1 范围

本标准规定了运用紫外分光光度法测定土壤浸出液中硝态氮的原理、试剂、仪器、分析步骤、结果计算与表示、精密度、质量保证和控制等。

本标准适用于土壤中硝态氮的测定。本方法对土壤硝态氮的检出限为 0.5 mg/kg, 定量限为 1 mg/kg。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件, 仅注日期的版本适用于本文件。凡是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

HJ 634 土壤 氨氮、亚硝酸盐氮、硝酸盐氮的测定 氯化钾溶液提取-分光光度法

NY/T 52 土壤水分测定法

NY/T 1377 土壤中 pH 值的测定

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**吸光度 absorbance**

光线通过土壤浸出液前的入射光强度与该光线通过土壤浸出液后的透射光强度比值的以 10 为底的对数。

#### 3.2

***f* 值 *f* value**

土壤浸出液中的有机物在 220 nm 波长处的吸光度和在 275 nm 波长处的吸光度的比值。

### 4 原理

利用土壤浸出液中硝酸根离子在 220 nm 波长附近有明显吸收且吸光度大小与硝酸根离子浓度成正比的特性, 对硝态氮含量进行定量测定。利用溶解的有机物在 220 nm 和 275 nm 波长处均有吸收, 而硝酸根离子在 275 nm 波长处没有吸收的特性, 测定土壤浸出液在 275 nm 处的吸光度, 乘以一个校正因数(*f* 值)以消除有机质吸收 220 nm 波长而造成的干扰。

### 5 试剂

除非另有规定, 在分析中仅使用分析纯试剂, 所用水应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。



### 5.1 氯化钾浸提液 [ $c(\text{KCl}) = 1 \text{ mol/L}$ ]

准确称取 74.55 g 氯化钾置于烧杯中,加入约 400 mL 水溶解。溶解后转移到 1 000 mL 容量瓶中定容,摇匀。

### 5.2 硝态氮标准储备液 [ $\rho(\text{N}) = 1\,000 \text{ mg/L}$ ]

精确称取 7.218 2 g 经  $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$  烘干 2 h 的硝酸钾置于烧杯中,加入约 50 mL 水溶解。溶解后转移到 1 000 mL 容量瓶中定容,摇匀,于  $0^\circ\text{C} \sim 4^\circ\text{C}$  冰箱内保存。

### 5.3 硝态氮标准中间液 [ $\rho(\text{N}) = 100 \text{ mg/L}$ ]

吸取硝态氮标准储备液(5.2)10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中定容,摇匀。临用时配制。

## 6 仪器

### 6.1 恒温往复振荡机

满足  $(220 \pm 20) \text{ r/min}$  的振荡频率和  $(20 \pm 5) \text{ mm}$  的振幅。

### 6.2 离心机

转速 3 000 r/min 以上,配有 100 mL 聚乙烯离心管。

### 6.3 紫外分光光度计

配有 10 mm 光程的石英比色皿。

## 7 分析步骤

### 7.1 试液的制备

#### 7.1.1 制备

称取约 40 g(精确到 0.01 g)新鲜土壤样品于 500 mL 螺口聚乙烯瓶中,加入 200 mL 氯化钾浸提液(5.1),旋紧瓶盖,置于恒温往复振荡机(6.1)中,  $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$  条件下以  $(220 \pm 20) \text{ r/min}$  的频率振荡 1 h。转移约 60 mL 悬浊液于 100 mL 聚乙烯离心管中,在 3 000 r/min 的转速下离心 10 min。将约 50 mL 上清液转移至 50 mL 聚乙烯瓶中,待测。

#### 7.1.2 贮存

新鲜土壤样品的处理和贮存,以及样品试液的贮存按照 HJ 634 的规定进行。

#### 7.1.3 预处理

出现下列情况时需要对试液进行预处理:

- 土壤样品试液与氯化钾浸提液对比,有明显色差时(试液多呈现黄色调),处理方法参见附录 A 中 A.1;
- 采集自长期淹水的环境下的土壤样品,按 HJ 634 规定的方法测定亚硝态氮浓度高于  $0.1 \text{ mg/L}$  时,处理方法参见 A.2;
- 采集自盐碱化地区的土壤样品,按 NY/T 1377 规定的方法测定土壤 pH 值高于 7.5 时,处理方法参见 A.3。



## 7.2 空白试验

加 200 mL 氯化钾浸提液于 500 mL 聚乙烯瓶中,按照与 7.1 相同的试剂和步骤进行制备,每批样品应制备 2 个以上空白溶液。

## 7.3 标准曲线

吸取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 硝态氮标准中间液(5.3)于 100 mL 容量瓶中,用氯化钾浸提液定容,摇匀后得到浓度分别为 0.00 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、4.00 mg/L 的硝态氮标准工作液。

用光程长 10 mm 石英比色皿,于 220 nm 和 275 nm 波长处,以氯化钾浸提液为参比溶液,在紫外分光光度计(6.3)上逐个测定硝态氮标准工作液的吸光度,计算出校正吸光度。

校正吸光度按式(1)计算:

$$A = A_{220} - 2.23 \times A_{275} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$A$  ——校正吸光度;

$A_{220}$  ——220 nm 波长处的吸光度;

$A_{275}$  ——275 nm 波长处的吸光度;

2.23—— $f$  值,是对多种类型土壤进行实验室测定得到的经验性校正因数,测定方法参见附录 B。

将校正吸光度作为纵坐标,对应的硝态氮浓度为横坐标,绘制标准曲线。

## 7.4 测定

用光程长 10 mm 石英比色皿,在 220 nm 和 275 nm 波长处,以氯化钾浸提液为参比溶液,在紫外分光光度计上测定吸光度,测定顺序为先测空白溶液,再测样品试液。计算出校正吸光度,从标准曲线上查出土壤浸出液中的硝态氮含量。

## 8 结果计算与表示

土壤硝态氮含量以质量分数  $w_N$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$w_N = (\rho_N - \rho_0) \times R \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\rho_N$  ——从校准曲线上查得土壤样品试液的硝态氮浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_0$  ——从校准曲线上查得空白试液的硝态氮浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$R$  ——试样体积(包括浸提液体积与土壤中水分的体积)与烘干土的比例系数,单位为毫升每克(mL/g);按照式(3)~式(5)进行计算。

$$R = R_1 + R_2 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$R_1 = \frac{V}{m} \times \left(1 + \frac{w_w}{100}\right) \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$R_2 = \frac{w_w}{d_w \times 100} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$R_1$  ——浸提液体积与烘干土的比例系数,单位为毫升每克(mL/g);

$R_2$  ——土壤水分体积与烘干土的比例系数,单位为毫升每克(mL/g);

$V$  ——浸提液体积,单位为毫升(mL);

$m$  ——称取的新鲜土壤样品质量,单位为克(g);

$w_w$ ——以烘干土计的土壤水分的质量分数(%),测定方法应符合 NY/T 52 的规定;

$d_w$ ——实验室所处温度下水的密度,单位为克每立方厘米( $g/cm^3$ ),取  $1.00 g/cm^3$ 。

当土壤硝态氮含量的测定结果小于  $1 mg/kg$  时,保留两位有效数字;当测定结果大于或等于  $1 mg/kg$  时,保留三位有效数字。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按式(6)计算:

$$r = 0.055 4 \times m \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$m$ ——两次测定值的平均值,单位为毫克每千克( $mg/kg$ )。

关于重复性条款的实验室测试结果以及统计数据参见附录 C,式(6)为表 C.1 中平均值与重复性限的线性拟合方程。

### 9.2 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两个独立测试结果的绝对差值不超过再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过 5%,再现性限( $R$ )按式(7)计算:

$$R = 0.120 1 \times m \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$m$ ——两个测定值的平均值,单位为毫克每千克( $mg/kg$ )。

关于再现性条款的实验室测试结果以及统计数据参见附录 C,式(7)为表 C.1 中平均值与再现性限的线性拟合方程。

## 10 质量保证和控制

### 10.1 空白试验

每批样品应做 2 个空白试验,测试结果应低于方法检出限。

### 10.2 平行试验

每批样品应测定 10% 的平行样品,平行双样测定结果的绝对差值应满足重复性条款(9.1)的规定。

### 10.3 回收试验

每批样品应测定 10% 的加标样品,加标量为样品硝态氮含量的 0.5~2 倍,回收率应在 90%~110% 之间。

### 10.4 校准曲线

校准曲线使用线性拟合,判定系数应大于或等于 0.999 0。每批样品中应插入一个校准曲线中间点浓度的标准工作溶液进行测定,其测定结果与校准曲线该点浓度的相对差值应小于或等于 10%,否则应重新绘制校准曲线。



附录 A  
(资料性附录)  
干扰的消除

A.1 有机物和颜色的消除

当土壤样品试液与空白溶液相比有明显色差时(试液多呈现黄色调),说明土壤浸出液中的有机物含量较高,应再次称取约 40 g 该土壤样品(精确到 0.01 g)于 500 mL 螺口聚乙烯瓶中,依次加入 2.00 g 活性炭(分析纯,CAS号:7440-44-0)和 200 mL 氯化钾浸提液,按分析步骤 7.1 重新制备试液。

A.2 亚硝酸根离子的消除

当试液中的亚硝态氮浓度高于 0.1 mg/L 时,向 50 mL 试液中加入 1 mL 氨基磺酸溶液[ $\rho(\text{H}_3\text{NO}_3\text{S})=2\%$ ],摇匀后静置 2 min,以消除试液中的亚硝酸根离子。经过此步骤后,应该在使用式(3)计算 R 值时将加入的氨基磺酸溶液体积按比例折算计入氯化钾浸提液体积中。

A.3 氢氧根、碳酸根和重碳酸根离子的消除

当土壤 pH 值高于 7.5 时,向 50 mL 试液中加入 1 mL 盐酸溶液[ $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ ],摇动 5 min 后静置 2 h 再测定。经过此步骤后,应该在使用式(3)计算 R 值时将加入的盐酸溶液体积按比例折算计入氯化钾浸提液体积中。

**附 录 B**  
(资料性附录)  
***f* 值的实验室测定**

向 16×125 试管中依次加入 0.30 g 镍铝合金粉末(Ni : Al=1 : 1, CAS 号:12003-78-0)、5 mL 土壤样品浸出液和 0.5 mL 硫酸溶液[ $\varphi(\text{H}_2\text{SO}_4)=20\%$ ], 敞口放置于 55 °C~60 °C 烘箱中, 35 min 后取出过滤。吸取 1 mL 滤液用去离子水稀释至 10 mL。按相同步骤处理 5 mL 氯化钾浸提液, 作为空白试液。测定样品和空白试液在 220 nm 和 275 nm 波长处的吸光度, 将样品试液在 220 nm 和 275 nm 波长处的吸光度分别扣除相应的空白试液吸光度, 计算两者比值即为该样品对应的 *f* 值。

当试液中的亚硝态氮浓度高于 0.1 mg/L 时, 应首先采用 A.2 中的措施去除土壤样品浸出液中的亚硝酸根离子, 再进行上述 *f* 值测定步骤。

本标准对 9 种不同类型土壤进行实验室测定, 得到 *f* 值平均为 2.23。实验室测定结果见表 B.1。

**表 B.1 从实验室结果得到的 *f* 值实测数据**

样品标识	土壤类型	采样地点	土地利用	<i>f</i> 值
1	黑土	黑龙江海伦	旱地	2.42
2	暗棕壤	吉林长白山	温带针阔混交林	2.27
3	风沙土	甘肃临泽	水浇地	1.92
4	寒冻毡土	青海海北	高寒草甸	3.56
5	潮土	河南封丘	水浇地	2.38
6	黄棕壤	江苏宜兴	菜地	1.50
7	水稻土	江苏宜兴	水田	1.83
8	紫色土	四川盐亭	旱地	2.03
9	红壤	江西鹰潭	旱地	2.19



附 录 C  
(资料性附录)

从实验室间结果得到的统计数据和其他数据

表 C.1 从实验室间结果得到的统计数据和其他数据

样品标识	A	B	C	D	E	F	G	H
参加实验室的数目	6	6	6	6	6	6	6	6
可接受结果的数目	5	5	5	5	5	5	5	5
平均值/(mg/kg)	8.71	4.77	31.6	5.73	10.4	3.32	45.6	12.0
重复性标准差 $s_r$	0.19	0.23	0.32	0.24	0.08	0.09	1.14	0.12
重复性变异系数/%	2.22	4.77	1.01	4.39	0.73	2.84	2.51	0.99
重复性限 $r(2.8 \times s_r)$	0.54	0.64	0.90	0.66	0.21	0.26	3.21	0.33
再现性标准差 ( $s_R$ )	0.39	0.31	1.78	0.25	0.18	0.13	1.72	0.47
再现性变异系数/%	4.48	6.43	5.63	4.58	1.72	3.84	3.77	3.87
再现性限 $R(2.8 \times s_R)$	1.09	0.86	4.99	0.69	0.50	0.36	4.82	1.30

参 考 文 献

- [1] GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法
- [2] GB/T 20001.4—2001 标准编写规则 第4部分:化学分析方法
- [3] 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
- [4] NY/T 1848—2010 中性、石灰性土壤铵态氮、有效磷、速效钾的测定 联合浸提-比色法
- [5] 李西开.紫外分光光度法测定硝酸盐.土壤学进展.1983(6):44-56.
- [6] HJ/T 346—2007 水质 硝酸盐氮的测定 紫外分光光度法
- [7] LY/T 1233—1999 森林土壤有效磷的测定
- [8] Norman RJ, Stucki JW. The determination of nitrate and nitrite in soil extracts by ultraviolet spectrophotometry. Soil Sci. Soc. Am. J. 1981, 45: 347-353.
- [9] Norman RJ, Edberg JC, Stucki JW. Determination of nitrate in soil extracts by dual-wavelength ultraviolet spectrophotometry. Soil Sci. Soc. Am. J. 1985, 49: 1182-1185.
- [10] 宋歌, 孙波, 教剑英. 测定土壤硝态氮的紫外分光光度法与其他方法的比较. 土壤学报. 2007, 44(2): 288-293.



GB/T 32737—2016

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-53336

定价: 16.00 元