团 体 标 准

T /LAIA XXXX—2023

土壤 铵态氮、亚硝态氮、硝态氮的测定

氯化钾溶液提取-全自动间断化学分析仪法

Soil-Determination of Ammonium,Nitritre,and Nitrate by Extraction with Potassium Chloride Solution-Fully Automatic Intermittent Chemistry Analyzer Methods

（征求意见稿）

2023年-XX-XX发布 2023年-XX-XX实施

辽宁省分析测试协会 发布

目  次

[前言 II](#_Toc37783314)

[引言 III](#_Toc37783315)

[1 适用范围 1](#_Toc37783316)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc37783317)

[3 铵态氮的测定 1](#_Toc37783318)

[4 亚硝态氮的测定 4](#_Toc37783325)

[5 硝态氮的测定 6](#_Toc37783331)

[6质量保证和质量控制 1](#_Toc37783332)0

[参考文献 1](#_Toc37783345)1

前  言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体，规范土壤铵态氮、亚硝态氮、硝态氮的测定法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤铵态氮、亚硝态氮、硝态氮的测定 氯化钾溶液提取-全自动间断化学分析仪法。

本标准由中国科学院沈阳应用生态研究所制定。

本标准主要起草单位：

本标准起草人：

本标准由中国科学院沈阳应用生态研究所解释。

引  言

1 背景

氮是生物体构建的重要基础条件，是作物生长所必需的大量营养元素之一，在植物的生命活动中占重要作用。土壤中氮素的丰缺及供给状况不仅影响作物的生长、产量和品质，也影响着生态环境。研究表明，即使在大量施用氮肥情况下，作物中积累的氮素仍有50%左右来自土壤，有些达70%以上。

土壤中氮素总量及各种存在形态与植物生长有着密切的关系，植物所吸收的氮素主要是无机氮，即铵态氮和硝酸盐氮。一般来讲，铵态氮因受到范德华力或库伦力的作用不易流失，但过量施肥，经过长期淋失和累积，易造成土壤中铵态氮的残留，如果残留量过大，可能导致土壤对其他元素的吸收性能下降，破坏土壤的内在平衡。土壤中的铵态氮还会通过地表径流等汇入地表水、地下水或海水，引起水体的富营养化，或进一步富集到水体沉积物中，当水体被扰动时，引起水体的二次污染；而硝酸盐氮是铵态氮在氧气充足条件下经微生物硝化后形成的，易于流失，土壤中过高的硝酸盐氮会引起作物中硝酸盐超标；亚硝酸盐氮是硝化作用的中间产物， 一般短时期内在土壤中可能有少量亚硝酸盐氮存在， 但在通气良好的情况下很快转化为硝酸盐氮。由于氮肥的过量使用，造成氮素在土壤内严重累积。在氧气不足的条件下，土壤中的硝酸盐被反硝化细菌等多种微生物还原成亚硝酸盐，部分蔬菜亚硝酸盐超标，就是反硝化作用引起的。因此，及时了解土壤动态，建立有效地测定土壤中亚硝酸盐氮、铵态氮和硝酸盐氮含量的方法，对于配方肥料的使用具有重要的指导作用；对于土壤污染情况的监测及污染防治工作的开展也具有重要意义。

2 国内外相关分析方法研究

土壤中铵态氮的测定基本都用纳氏试剂比色法。国际标准ISO/TS14265-1中采用氯化钾提取土壤中的氨氮并用比色法测定。纳氏试剂比色法测定氨氮需要采用絮凝沉淀或预蒸馏等前处理，该法显色时间长，在进行大批量样品测定时，手工操作步骤多。国际标准ISO/TS14265-1与环保标准HJ634-2012中采用的氯化钾提取后，氨离子在有次氯酸根离子存在时与苯酚反应生成蓝色靛酚染料，该法显色时间长，手工操作步骤多，存在污染的风险较大，对人体和环境有一定的影响。LY/T 1228-2015增加了连续流动分析仪法，以硝普钠为催化剂，铵态氮与水杨酸钠和二氯异腈脲酸钠盐反应生成蓝色化合物，在660nm处测定其吸光值。

土壤硝态氮含量的测定方法，常用的方法有还原蒸馏法、电极法、酚二磺酸比色法、镉柱法，紫外分光光度法，国际标准ISO/TS14265-1与环保标准HJ634-2012中采用的氯化钾提取后，镉柱还原-重氮化偶合比色法，提取液通过还原柱，将硝酸盐还原为亚硝酸盐，在酸性条件下，亚硝酸盐与磺胺反应生成重氮盐，再与盐酸N-（1-萘基）-乙二胺偶联生成红色染料，在波长543 nm处具有最大吸收，测定硝酸盐氮和亚硝酸盐氮总量。LY/T 1228-2015采用的酚二磺酸比色法，土壤用饱和硫酸钙溶液浸提后，取部分浸提液在微碱性条件下蒸发至干，残渣用酚二磺酸处理，处理后，反应产物在酸性介质中无色，碱化后为稳定的黄色盐溶液，在420nm波长处比色测定，酚二磺酸比色法具有测量范围较宽、显色稳定的优点，但存在样品前处理复杂、人为操作导致的误差大等缺点。LY/T 1228-2015增加了连续流动分析仪法，土壤样品经KCL溶液浸提后，在碱性的硫酸肼条件下，将NO3--N用Cu作催化剂还原成NO2--N，与磺胺反应生成重氮盐，再与盐酸N-（1-萘基）-乙二胺偶联生成红色染料，在波长543 nm处检测。GB/T 32737-2016采用紫外分光光度法测定土壤硝酸盐氮含量，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，对硝酸盐氮含量进行定量测定。利用溶解的有机物在 220 mm 和 275 mm 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，乘以一个校正因数以消除有机质吸收220 nm 波长而造成的干扰。

土壤中亚硝态氮的测定测定方法，常用的方法有：分光光度法、离子色谱法等。国际标准ISO/TS14265-1与环保标准HJ634-2012中采用的氯化钾提取后，在酸性条件下，亚硝酸盐与磺胺反应生成重氮盐，再与盐酸N-（1-萘基）-乙二胺偶联生成红色染料，在波长543nm处具有最大吸收。

3 标准制定的必要性分析

土壤中的营养元素，特别是无机态氮的多少及变化情况，对作物生育及产量高低有明显影响。作物不同生育期对氮素的需要量也不同，测定土壤及作物体内氮素养分的含量，可以及时了解土壤及作物养分的丰缺情况，作为水肥管理的参考依据，同时也可以了解各种技术措施对土壤和作物养分的影响。目前，测定水中亚硝酸盐氮、氨氮和硝酸盐氮含量的相关标准和文献较多，而测定土壤的较少。现行仅有的相关标准方法为HJ634-2012《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》，它由ISO/TS14265-1；2003《土壤质量 硝酸盐氮、亚硝酸盐氮、氨氮的测定 氯化钾溶液提取法》直接转化而来，测定对象为土壤，采用分光光度计进行检测。目前相关文献的分析方法也主要为采用分光光度计进行检测。但该方法使用试剂较多，操作步骤繁琐，过程复杂，耗时长，劳动强度大，分析效率低，难以满足批量土壤样品的快速分析测试的要求。本标准针对标准方法所存在的问题，采用全自动间断化学分析仪快速测定土壤中的铵态氮、亚硝酸盐氮 和硝酸盐氮。该方法消除了人为因素的影响，模拟手工比色法所有步骤，机械臂取样，自动稀释、反应时间控制、比色及读数等试验步骤均由仪器及软件精密控制，可以消除由于操作熟练程度而引起的检测精度问题，保证不同操作人员的分析结果相同，消耗的试剂量以及样品的取样量都是以µl为计量单位，比常规方法用量少，节约了成本（以100个样品亚硝态氮的显色剂为例，全自动化学间断分析仪仅需要2.7ml，而传统比色法需要20ml），且仪器运行后，不需要人员值守，分析速度可达100个样品/h。

本标准可用于内部和外部各方。

**土壤 铵态氮、亚硝态氮、硝态氮的测定**

**氯化钾溶液提取-全自动间断化学分析仪法**

# 1 适用范围

本标准规定了测定土壤中铵态氮、亚硝态氮、硝态氮的氯化钾溶液提取-全自动间断化学分析仪法。

本标准适用土壤中铵态氮、亚硝态氮、硝态氮的测定。

当样品量为20.00g，本方法测定土壤铵态氮、亚硝态氮、硝态氮的检出限分别为0.15mg/kg、0.10mg/kg、0.15mg/kg，测定下限分别为0.60mg/kg、0.40mg/kg、0.60mg/kg

# 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。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 32737 土壤硝酸盐氮的测定 紫外分光光度法

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

HJ 613 土壤干物质和水分的测定 重量

HJ 168 环境监测分析方法标准制定技术指导

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

LY/T 1228 森林土壤氮的测定

# 3 铵态氮的测定

**3.1 方法原理**

土壤用氯化钾溶液浸提得到浸提液，铵、水杨酸盐和次氯酸盐（铵与次氯酸铵反应生成一氯胺，一氯胺与水杨酸盐反应），生成一个与铵浓度成正比的蓝色物质。加入硝普钠增加显色程度。缓冲溶液中酒石酸钾钠可消除或减少钙离子、镁离子的干扰。红色络合物在660 nm处有最大吸收。在一定浓度范围内，铵态氮浓度与吸光度值符合朗伯-比尔定律。

**3.2 试剂和材料**

除非另有注明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂，实验用水为电导率小于 0.2 mS/m（25℃时测定）的去离子水。

**3.2.1 氯化钾**

KCl。

**3.2.2 氢氧化钠**

NaOH。

**3.2.3 七水磷酸氢二钠**

Na2HPO4·7H2O。

**3.2.4 酒石酸钾钠**

KOCO(CHOH)2COONa·4H2O。

**3.2.5 水杨酸钠**

2-HOC6H4CONa。

**3.2.6 二氯异氰尿酸钠：优级纯**

C3Cl2N3O3 Na。

**3.2.7 硝普钠**

Na2Fe(CN)5NO·2H2O。

**3.2.8 氯化铵：优级纯**

NH4Cl。

**3.2.9 探针清洗液**

量取0.5mL探针清洗液浓缩液加入到1 L水中，反转5次混匀。在室温下保存。

**3.2.10 比色杯清洗液**

量取50 mL比色杯清洗液浓缩液加入到约700 mL水中并用水稀释定容至1 L，反转5次混匀。在室温下保存。

**3.2.11 缓冲溶液**

称取20 g 氢氧化钠（3.2.2），26.8 g 七水磷酸氢二钠（3.2.3），50 g 酒石酸钾钠（3.2.4） 溶解于800 mL 蒸馏水中，完全溶解后定容至1000 mL，临用前每100 mL 试剂添加0.1 mL 针洗液（3.2.9），摇匀备用。

**3.2.12 水杨酸钠溶液**

溶解150 g 的水杨酸钠（3.2.5）到约400 mL 的试剂水中，试剂水稀释定容至500 mL。反转混匀5次。用快速滤纸过滤水杨酸钠溶液，储存于深棕色的玻璃试剂瓶中。该溶液需每周更新一次，临用前每100 mL 试剂添加0.1 mL 针洗液（3.2.9），摇匀备用。

**3.2.13 二氯异氰尿酸钠溶液**

准确称量0.2 g 二氯异氰尿酸钠（3.2.6），溶于100 mL 试剂水中， 加0.1 mL 针清洗液（3.2.9），该试剂需要每日更新，现配现用。

**3.2.14 硝普钠溶液**

溶解0.4 g 的硝普钠（3.2.7）到约40 mL 的试剂水中并稀释到50 mL，每隔两天更新一次，临用前加0.05 mL 的进样针清洗（3.2.9）。

**3.2.15 2mol/L KCl溶液**

称取149.1 g 氯化钾(3.2.1) 溶解到500 mL 水中，用水稀释定容到1 L。

**3.2.16 铵态氮标准储备溶液（100mg/L NH4+-N）**

取105 ℃ 烘干2 h 的氯化铵（3.2.8）0.3822 g 溶于2 mol/l 氯化钾溶液（3.2.15），并用2 mol/l 氯化钾溶液定容至1 L，制备成铵态氮标准储存溶液。

**3.2.17 铵态氮标准溶液（50mg/L NH4+-N）**

量取50 mL 100 mg/L 标准储备液（3.2.16），用2 mol/L KCl溶液(3.2.15)稀释定容到100 mL。存放于冰箱中可保存2周。

# 3.3 仪器和设备

3.3.1 全自动间断化学分析仪。

3.3.2 分析天平：精度为0.01 g、精度为0.0001 g。

3.3.3 恒温振荡器。

3.3.4 一般实验室常用仪器和设备。

**3.4 分析步骤**

3.4.1样品的采集和保存：土壤样品的采集和保存参考HJ/T 166的相关规定执行。

3.4.2试样的制备：称取过2 mm（10目）筛的新鲜土样20.00 g于200 ml 聚乙烯瓶中，加入100.00 ml氯化钾溶液（3.2.15），加塞，放在恒温振荡器上振荡1h，用干滤纸过滤，如不能在24 h 内分析，需要置于冰箱中保存。

3.4.3干物质含量的测定：准确称取过2 mm（10目）筛后的新鲜土壤样品，参照HJ 613测定土壤的干物质含量。

3.4.4 空白溶液的制备：空白溶液的制备除不加土样外，其他步骤同3.4.2。

3.4.5 标准曲线：吸取铵态氮标准溶液（3.2.17）0.00 ml、0.50 ml、1.00 ml、2.00 ml、4.00 ml、5.00 ml于50 ml容量瓶中，用2mol/L氯化钾溶液定容至刻度。获得标准系列溶液浓度为0.00 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L、5.00 mg/L，通过全自动间断化学分析仪测定。

3.4.6 参照仪器使用说明书，选择工作参数，将全自动间断化学分析仪的试剂装入仪器试剂瓶中，并根据仪器中的顺序摆放，待基线稳定后依次测定各标准溶液、空白溶液和待测液铵态氮的浓度。

**3.5 结果计算与表示**

用全自动间断化学分析仪测定铵态氮含量，计算见式（1）：

  (1)

式中：W1——铵态氮（NH4+-N）含量，mg/kg；

C——从标准曲线上获得的待测液的铵态氮浓度，mg/L；

C0——从标准曲线上获得的空白溶液的铵态氮浓度，mg/L；

V——待测液体积，取100 mL；

m——鲜土土样质量，g；

k——由鲜土土样换算成烘干土样的水分换算系数。

结果表示

 当测定结果＜1%时保留到小数点后三位；当测定结果≥1%时，保留三位有效数字。

# 4 亚硝态氮的测定

**4.1 方法原理**

土壤用氯化钾溶液浸提得到浸提液，在酸性条件下，亚硝酸盐首先与磺胺重氮化，再与N-(1-萘基)-乙二胺盐酸盐偶合，生成紫红色的偶氮染料，在543 nm的波长下具有最大吸收。在一定浓度范围内，亚硝态氮浓度与吸光度值符合朗伯-比尔定律。

**4.2 试剂和材料**

除非另有注明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂，实验用水为电导率小于 0.2 mS/m（25℃时测定）的去离子水。

**4.2.1 浓盐酸**

HCl。

**4.2.2 磺胺**

4-NH2C6H4SO2NH2。

**4.2.3 N-(1-萘基)-乙二胺二盐酸盐**

C10H7NHCH2CH2HN2·2HCl。

**4.2.4 乙酸钠**

CH3COONa·3H2O。

**4.2.5 亚硝酸钠：优级纯**

NaNO2。

**4.2.6 氯化钾**

KCl。

**4.2.7 探针清洗液**

量取0.5 mL 探针清洗液加入到1 L水中，反转5次混匀。在室温下保存。

**4.2.8 比色杯清洗液**

量取50 mL 比色杯清洗液浓缩液加入到约700 mL 水中并用水稀释定容至1 L，反转5次混匀。在室温下保存。

**4.2.9 显色试剂**

量取105 mL 浓盐酸（4.2.1）、5.0 g 磺胺（4.2.2）和0.5 g N-(1 -萘基)乙二胺盐酸盐（4.2.3）分别加入到250 mL 水中，搅拌直到溶解，再添加136 g 乙酸钠（4.2.4），搅拌直到溶解，用水稀释定容到500 mL。该溶液在深色瓶中冷冻保存可保存8周。

**4.2.10 2mol/L氯化钾溶液**

称取149.1 g 氯化钾（4.2.6）溶解到500 mL 水中，用水稀释定容到1L。

**4.2.11 标准储备液(100mg/L NO2-N)**

称取大约1 g 亚硝酸钠（4.2.5）放到干燥器中干燥24小时，称取0.1493 g干的亚硝酸钠（NaNO2）溶解到200 mL 2 mol/L KCl（4.2.10））溶液中，用2 mol/L KCl溶液稀释定容到1 L。

**4.2.12 标准溶液**（5mg/L NO2-N)

量取5 mL 标准储备液(4.2.11)，用2 mol/L KCl（4.2.10）溶液稀释定容到100 mL。

# 4.3 仪器和设备

4.3.1 全自动间断化学分析仪。

4.3.2 分析天平：精度为0.01 g、精度为0.0001 g。

4.3.3 恒温振荡器。

4.3.4 一般实验室常用仪器和设备。

**4.4 分析步骤**

4.4.1样品的采集和保存：土壤样品的采集和保存参考HJ/T 166的相关规定执行。

4.4.2试样的制备：同3.4.2。

4.4.3干物质含量的测定：准确称取过2 mm （10目）筛后的新鲜土壤样品，参照HJ 613测定土壤的干物质含量。

4.4.4 空白溶液的制备：空白溶液的制备除不加土样外，其他步骤同4.4.2。

4.4.5 标准曲线：吸取亚硝态氮标准溶液（4.2.12）0.00 ml、1.00 ml、2.00 ml、4.00 ml、8.00 ml、10.00 ml于50 ml容量瓶中，用2 mol/L氯化钾溶液定容至刻度。获得标准系列溶液浓度为0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.80 mg/L、1.00mg/L，通过全自动间断化学分析仪测定。

4.4.6 参照仪器使用说明书，选择工作参数，将全自动间断化学分析仪的试剂装入仪器试剂瓶中，并根据仪器中的顺序摆放，待基线稳定后依次测定各标准溶液、空白溶液和待测液亚硝态氮的浓度。

**4.5 结果计算与表示**

用全自动间断化学分析仪测定亚硝态氮含量，计算见式（2）：

  (2)

式中：W2——亚硝态氮（NO2--N）含量，mg/kg；

C ——从标准曲线上获得的待测液的亚硝态氮浓度，mg/L；

C0——从标准曲线上获得的空白溶液的亚硝态氮浓度，mg/L；

V——待测液体积，取100mL；

m——鲜土土样质量，g；

k——由鲜土土样换算成烘干土样的水分换算系数。

结果表示

 当测定结果＜1%时保留到小数点后三位；当测定结果≥1%时，保留三位有效数字。

# 5 硝态氮的测定

**5.1 方法原理**

土壤用氯化钾溶液浸提得到浸提液，在一定的条件下，硝酸盐通过硫酸肼还原成亚硝酸盐。在酸性条件下，亚硝酸盐首先与磺胺重氮化，再与N-1-盐酸奈乙二胺偶合，生成紫红色的偶氮染料，在543 nm的波长下具有最大吸收，测定硝态氮和亚硝态氮总量。硝态氮和亚硝态氮总量与亚硝态氮含量之差即为硝态氮含量。

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

**5.2 试剂和材料**

除非另有注明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂，实验用水为电导率小于 0.2 mS/m（25℃时测定）的去离子水。

**5.2.1 氯化钾**

KCl。

**5.2.2 五水合硫酸铜**

CuSO4·5H2O。

**5.2.3 氢氧化钠**

NaOH。

**5.2.4 硫酸肼：优级纯**。

H2N2·H2SO4。

**5.2.5 磷酸**

H3PO4。

**5.2.6 磺胺**

4-NH2C6H4SO2NH2。

**5.2.7 N-(1-萘基)-乙二胺二盐酸盐**

C10H7NHCH2CH2HN2·2HCl。

**5.2.8 硝酸钾：优级纯。**

KNO3。

**5.2.9 探针清洗液**

量取0.5 mL 探针清洗液加入到1 L水中，反转5次混匀。在室温下保存。

**5.2.10 比色杯清洗液**

量取50 mL比色杯清洗液浓缩液加入到约700 mL水中并用水稀释定容至1 L，反转5次混匀。在室温下保存。

**5.2.11 硫酸铜储备液**

称取0.075 g 五水合硫酸铜（5.2.2）溶解到50 mL水中，用水定容到100 mL。

**5.2.12 氢氧化钠溶液**

称取0.6 g 氢氧化钠（5.2.3）溶解到50 mL水中，用水定容到100 mL。使用前向试剂瓶中加入2-3 滴探针清洗液（5.2.10）摇匀即可。

**5.2.13 硫酸肼溶液**

称取0.5 g 硫酸肼（5.2.4）溶解到约50 mL水中，加入1mL硫酸铜储备液(5.2.11)，用水定容到100 mL。

**5.2.14 显色试剂**

量取20 mL 85% 磷酸（5.2.5）溶解到约100 mL 水中，放冷至室温，然后溶解2.0 g 磺胺（5.2.6），然后加入0.05 g N-(1-萘基)-乙二胺二盐酸盐（5.2.7）并溶解，用水定容到200 mL，反转5次混匀。用棕色玻璃瓶或塑料容器在4℃条件下保存。溶液可以保存数周。使用前向试剂瓶中加入2-3滴探针清洗液（5.2.10）摇匀即可。

**5.2.15 2mol/L KCl溶液**

称取149.1 g 氯化钾(5.2.1)溶解到500 mL 水中，用水稀释定容到1 L。

**5.2.16 硝酸钾标准溶液**：100mg/L (以N计)

准确称取105 ℃烘干2 h 的硝酸钾0.7218 g，用2 mol/L KCl溶液溶解，用2 mol/L KCl溶液（5.2.15）稀释定容到1 L，此溶液相当于100 mg/L N，存放于冰箱中每月更换。

# 5.3 仪器和设备

5.3.1 全自动间断化学分析仪。

5.3.2 分析天平：精度为0.01 g、精度为0.0001 g。

5.3.3 恒温振荡器。

5.3.4 一般实验室常用仪器和设备。

**5.4 分析步骤**

5.4.1样品的采集和保存：土壤样品的采集和保存参考HJ/T 166的相关规定执行。

5.4.2试样的制备：同3.4.2。

5.4.3干物质含量的测定：准确称取过2 mm （10目）筛后的新鲜土壤样品，参照HJ 613测定土壤的干物质含量。

5.4.4 空白溶液的制备：空白溶液的制备除不加土样外，其他步骤同5.4.2。

5.4.5 标准曲线：吸取硝态氮标准溶液（5.2.16）0.00 ml、1.00 ml、2.00 ml、4.00 ml、6.00 ml、8.00 ml、10.00ml于100 ml容量瓶中，用2mol/L氯化钾溶液定容至刻度。获得标准系列溶液浓度为0.00 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L、6.00 mg/L、8.00 mg/L、10.00mg/L，通过全自动间断化学分析仪测定。

5.4.6 参照仪器使用说明书，选择工作参数，将全自动间断化学分析仪的试剂装入仪器试剂瓶中，并根据仪器中的顺序摆放，待基线稳定后依次测定各标准溶液、空白溶液和待测液硝态氮和亚硝态氮总量的浓度。

**5.5 结果计算与表示**

用全自动间断化学分析仪测定硝态氮含量，计算见式（3）、（4）：

  （3）

  （4）

式中：W2——亚硝态氮（NO2--N）含量，mg/kg；

W3——硝态氮（NO3--N）含量，mg/kg；

W4——硝态氮和亚硝态氮总量—（NO3--N+NO2--N）含量，mg/kg；

C——从标准曲线上获得的待测液的硝态氮和亚硝态氮总量浓度，mg/L；

C0——从标准曲线上获得的空白溶液的硝态氮和亚硝态氮总量浓度，mg/L；

V——待测液体积，取100mL；

m——鲜土土样质量，g；

k——由鲜土土样换算成烘干土样的水分换算系数。

结果表示

 当测定结果＜1%时保留到小数点后三位；当测定结果≥1%时，保留三位有效数字。

# 6 质量保证和质量控制

6.1 每批样品应至少做10 %的平行样品测定，样品数不足10个时，每批样品应至少做一个平行样品测定。当样品含量 ≤10.0 mg/kg时，平行样测定结果的差值应在20 %之内；当样品含量 ＞10.0 mg/kg时，平行样品测定结果的相对偏差 ≤10.0%。

6.2 每批样品测定时，应分析一个有证标准样品，其测定值应在保证值范围内。

6.3 校准曲线的相关系数应大于0.995。

6.4 每批样品应测定10%的加标样品。铵态氮加标回收率应在80%~120% 之间；亚硝态氮加标回收率应在70%~120% 之间；硝态氮加标回收率应在80%~120% 之间。

6.5 每批样品应分析一个校准曲线的中间点浓度标准溶液，其测定结果与校准曲线该点浓度的相对偏差应 ≤10%。否则，需重新绘制校准曲线。

# 7 精密度和准确度

**7.1 铵态氮**

六家实验室对铵态氮含量分别为12.0 mg/kg、37.7 mg/kg、140 mg/kg 的土壤样品进行了分析测试，实验室间相对标准偏差分别为2.01 %，0.77 %，0.54 %。

六家实验室对编号为12.0 mg/kg的铵态氮含量进行了加标分析测定，加标量分别为20 μg和30 μg，实际样品加标回收率为87.3%-96.8%。

**7.2 亚硝态氮**

六家实验室对亚硝态氮含量分别为0.087mg/kg、0.865mg/kg、0.124 mg/kg 的土壤样品进行了分析测试，实验室间相对标准偏差分别为3.81 %，1.16%，1.80 %。

六家实验室对编号为0.087mg/kg的铵态氮含量进行了加标分析测定，加标量分别为0.5μg和2 μg，实际样品加标回收率为91.3%-98.8%。

**7.3 硝态氮**

六家实验室对硝态氮含量分别为6.06mg/kg、48.4mg/kg、19.0mg/kg的土壤样品进行了分析测试，实验室间相对标准偏差分别为1.63%、0.42%、1.77%。

六家实验室对编号为6.06mg/kg的硝态氮含量进行了加标分析测定，加标量分别为15 μg和20 μg，实际样品加标回收率为103%-116%。

参 考 文 献

[1].弓晓峰,张静,张振辉,等.纳氏试剂比色法测定土壤铵态氮的研究[J].环境科学与技术, 2006, 29 (1):43-44.

[2].鲍士旦.土壤农化分析[M].北京:中国农业出版社, 2000: 49．

[3].张晓红．测量水中硝酸盐氮两种方法的比较［J］.科技创新与应用, 2017 ( 17) : 224.

[4].鲁如坤. 土壤农业化学分析方法. 北京：中国农业科学技术出版社, 2000.

[5].LY/T 1228—2005. 森林土壤氮的测定. 北京：中国标准出版社, 2005.

[6].HJ 634-2012.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.北京：中国环境科学出版社, 2012.

[7].吕殿青, 同延安, 孙本华, OveEmteryd. 氮肥施用对环境污染的影响的研究［J］. 植物营养与肥料学报, 1998, 4（1）: 8-15.

[8].刘光栋, 吴文良. 高产农田土壤硝态氮淋失与地下水污染动态研究［J］. 中国生态农业学报, 2003, 11（1）: 91-93.

[9].叶祥盛, 赵竹青. 流动注射法与国标法测定土壤硝态氮含量的比较［J］. 湖北农业科学, 2011, 50 （4）：698- 699, 707.