

有机肥料中氨态氮的测定——微量扩散法

莫淑勋 俞金洲
(中国科学院土壤研究所)

J. M. Bremner^[1] 运用 Conway^[2] 所提出的微量扩散法成功地测定了土壤中的氨态氮及硝态氮。条件试验证明氨态氮及硝态氮的平均回收率分别可达 99.2% 及 99.9%。扩散法有很多优点。需要的设备极简单,所用试剂也都是通常容易获得的,而且试剂的用量极少。特别是由于扩散法是在室温及弱碱(MgO)的条件下进行的,因此在试验过程中就可以顺利地防止了有机氮分解的干扰。

在有机肥料中测定氨态氮是具有一定实际意义的,因为某些有机肥料在适宜条件下其分解初期总是以氨化作用为主。由 E. E. G. Mattingly^[3] 用粪杆污泥堆肥进行堆腐试验的结果看出,在一定的含氮水平下,堆肥分解初期,可溶性氮大部分是氨态氮形态,至堆腐后期才有氨的硝化作用产生。H. L. Jensen^[4] 认为有机肥料中第一年氮的肥效大部分是其中氨态氮的作用。因此测定有机肥料中氨态氮的含量,对了解有机肥料的腐熟程度及其肥效大小有一定的意义。通常采用一定的碱进行加温蒸馏来测定氨态氮,往往有部分的有机氮有可能分解,致使测定结果偏高。为了了解有机肥料不同腐熟时期氨的实际含量,我们试用了微量扩散法来进行测定,按照 J. M. Bremner 的建议用 0.1 N H₂SO₄—1 N K₂SO₄ 溶液作为提取液。其余操作按照测定土壤氨态氮的方法进行。但在测定中遇到以下两方面的困难,首先是由于大部分有机肥料氨态氮含量较高,直接吸取滤液进行测定,要大大延长扩散时间,而且扩散也不易完全。再则由于有机肥料含有的胶体物质多,不仅难于过滤,也不易获得澄清的滤液,由于滤液带色而且比较粘稠以至各次吸取量难于准确与一致,造成测定结果不稳定,重复之间误差较大。为了克服以上困难,并按照 J. M. Bremner 测定土壤氨态氮所确定的试液含氮量与扩散时间的关系,即将每一测定中 2 毫升试液所含的氨态氮量控制在 100 微克(1 微克等于千分之一毫克)以下。这样扩散 24 小时可达完全。我们根据我们所试验的几种有机肥料,将样品与提取液的比例增加到 1:10 至 1:20 或更高,如果样品含氮量很高则再对滤液作必要的稀释,使最后试液中(2 毫升)所含有的氨态氮大致在 100 微克左右,如果开始难于对含氮量作出初步估计时,也可将滤液进行 2—3 种不同程度的稀释或不稀释,这样可使测定更有成效。此外,改用 0.1 N HCl—10% KCl 作为提取液,经过试验比用 H₂SO₄ 和 K₂SO₄ 要容易过滤得多,而且,通过回收试验得出后者对氨的代换也更完全。

经过如上的修改,扩散法应用于有机肥料的困难即可克服,并获得了较好的结果。现在把我们用猪粪以及在室内堆腐了 5 个月的粪杆堆肥所进行的氨态氮的测定以及氨的回收试验列于表 1 及表 2。

由以上试验结果看出,用含氮量极不相同的有机肥料进行扩散法测定,加入已知量硫酸铵其回收率均可达到 97% 以上。只要细心操作,可不至因为稀释而引起大的误差。

表 1 几种有机肥料氮态氮含量

样品名称	样品与提 取液比例	滤液稀释倍数	氮态氮(毫克/100 克干样)	平均(毫克/100 克干样)	误差(%)
稻 草 (室内腐解 5 个月)	1:10	—	3.30 3.25 3.22 3.38	3.29	+0.30 -1.21 -2.13 +2.73
猪 粪	1:10	—	26.9 26.7 26.9 26.9 27.0	26.9	0.00 -0.74 0.00 0.00 0.00 +0.37
稻 草 (加入无机氮、磷, 室内腐解 5 个月)	1:20	3	216 217 217 217 219	217	-0.46 0.00 0.00 0.00 +0.92
扁 豆 杆 (室内腐解 5 个月)	1:40	2.5	694 698 698 698	697	+0.43 +0.14 +0.14 +0.14

表 2 几种有机肥料氮态氮回收试验结果

样品名称	加入氮态氮量 (毫克/100 克 干样)	样品与提 取液比例	滤液稀 释倍数	氮态氮(毫克/ 100 克干样)	平均(毫 克/100 克干样)	误 差 (%)	回 收	
							%	平均%
稻 草 (室内腐解 5 个月)	49.3	1:20	—	51.7 51.2 51.7 51.3 51.7	51.5	+0.39 -0.58 +0.39 -0.39 +0.39	98.2 97.2 98.2 97.4 98.2	97.8
稻 草 (室内腐解 5 个月)	98.5	1:20	—	99.3 99.2 101 99.9 99.9	99.9	-0.60 -0.70 +1.10 0.00 0.00	97.5 97.4 99.2 98.1 98.1	98.1
猪 粪	49.3	1:10	2.5	75.8 75.9 75.7 75.8	75.8	0.00 +0.13 -0.13 0.00	99.2 99.4 99.0 99.2	99.2
稻 草 (加入无机氮、磷, 室内腐解 5 个月)	98.5	1:20	5	314 315 319 316	316	-0.63 -0.32 +0.95 0.00	98.5 99.5 104 101	101
扁 豆 杆 (室内腐解 5 个月)	98.5	1:40	2.5	796 797	797	-0.13 0.00	101 102	102

测定方法:

(1) 试剂:

- 0.2 NHCl 配在 20% 的 KCl 中。
- 12% MgO (MgO 先在 500—550℃ 烧灼 2 小时)。
- 2% 硼酸(每升含有 20 毫升甲基红、溴甲酚绿混合指示剂), 溶解 20 克硼酸于 200 毫升无水酒精及 700 毫升蒸馏水的混合液中, 于此液中加入 20 毫升混合

指示剂(混合指示剂配法：溶解 0.033 克溴甲酚绿及 0.066 克甲基红于 100 毫升无水酒精中)，混合后吸出少量约 5 毫升以下，稀释一倍以 0.05 N NaOH 滴定至微红，记下 NaOH 用量，计算成原溶液所需加之 NaOH 毫升数，加入原液并稀释至一升。

4. 0.005 NH_2SO_4

5. 碱性甘油，于普通甘油中加入少量固体 NaOH

(2) 测定步骤：测定前预先取样在 80℃ 恒温下(烘过夜或 12 小时)或在红外灯下照射 3—4 小时，测定有机肥料中的水分，然后按 5 克干样品折算成相当的湿样，用扭力天平称取并计算出含水量，按所要求的样品与提取液的比例，先用蒸馏水加足二分之一的量，其余二分之一加入 0.2 N HCl—20% KCl 溶液，使最后提取液的浓度为 0.1 N HCl—10% KCl。振荡一刻钟，用干滤纸过滤或抽气过滤，根据大致的含氮量进行滤液的一定稀释。吸取 2 毫升滤液放入扩散皿外室，内室加入 1 毫升 2% 硼酸为吸收剂，外室加入 1.5 毫升 12% MgO，立即用涂有碱性甘油的毛玻璃密封皿口，充分摇匀，室温(25℃ 左右)扩散 24 小时。扩散结束后，内室用吸管加入 1 毫升蒸馏水，再用 0.005 N H_2SO_4 直接滴定内室硼酸，然后根据硫酸标准液用量计算含氮量。

参 考 文 献

- [1] J. M. Bremner and K. Shaw: Determination of ammonia and nitrate in soil. J. Agric. Sci. Vol. 46. 320—328, 1955.
- [2] E. J. Conway: Microdiffusion analysis and volumetric error. 4th ed. London: Crosby Lockwood. 1957.
- [3] D. A. Hoyle and E. E. G. Mattingly: Studies on composts prepared from waste materials. J. Sci. Food Agric. Vol. 5, 57, 1954.
- [4] H. L. Jensen: Tidsskr. Planteavl. Vol. 55, 237, 1952.

DETERMINATION OF AMMONIA IN ORGANIC MANURES BY THE MICRODIFFUSION METHOD

S. H. MO AND T. C. YÜ

(SUMMARY)

The determination of mineral nitrogen in soils has been successively done by Conway's diffusion method. Owing to the high content of ammoniacal nitrogen present in most manures, and also to the turbidity of their extracts, this method fails to give good duplicates in ammonia determination from separated aliquots. The present article gives a modified technique of Conway's procedure for the extraction and determination of ammoniacal nitrogen in manures with percentage recovery ranging 97.2—104%.

5 grams of sample are extracted by a 10% KCl-0.1N HCl solution with sample-extractant ratio from 1:10 to 1:20 or even wider in case of manures with exceedingly high content of ammoniacal nitrogen. A 2 ml aliquot, containing $\text{NH}_4\text{-N} < 100\gamma$ is used for analysis. The distillation of $\text{NH}_4\text{-N}$ can be completed in 24 hrs by MgO displacement in Conway's dish at room temperature.