

## FJA-1 型常规分析仪器工作站测定土壤全氮

方建安 张连第

(中科院南京土壤研究所)

### 一、测定的意义与方法原理

氮素是植物生长三要素之首，土壤中的氮素含量与植物生长直接相关，是土壤肥力的重要指标之一。测定土壤全氮一般采用土壤学会推荐的常规分析方法，即用硫酸和混合催化剂消化，使 N 转化成  $\text{NH}_4^+$ ，加碱蒸馏，用  $\text{H}_3\text{BO}_3$  吸收蒸出的  $\text{NH}_3$ ，然后用标准酸溶液滴定<sup>(1)</sup>。根据滴定剂的耗用量求出氮的百分含量：

$$\text{N}\% = \frac{c \times (V - V_0) \times 0.014}{m} \times 100$$

式中， $c$  为 HCl 标准溶液的当量浓度(mol/L)； $V$  为等当点时滴定剂耗用量(mL)； $V_0$  为滴定空白溶液时滴定剂的耗用量(mL)；0.014 为 1 毫克当量氮的克数； $m$  为样品重量(g)；100 为换算成百分含量。

通常都采用普通玻璃滴定管和化学指示剂进行手工滴定测定土壤全氮，它不但费时，劳动强度大，而且终点不易判断准确。在现代分析中采用电位滴定法测定全氮，以 pH 玻璃电极作为指示电极，饱和甘汞电极作为参比电极，克服了由于终点变色不清晰等造成的测量误差。尤其采用微机控制的电位自动滴定系统测定全氮时，使分析速度和精度得到很大的提高，同时减轻了劳动强度，向分析仪器微机化、自动化迈进了一步。

微机控制的电位自动滴定系统应用程序适用于酸碱滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定和络合滴定等具有 S 型滴定曲线的滴定。可以进行单终点或多终点滴定。采用的软件技术主要有数据自动采集，平衡电位滴定技术，控制数字自动滴定管发送滴定剂，滴定剂增量动态调整技术和假终点自动判别技术，自动显示滴定曲线和等当点时的滴定剂耗用量和浓度等结果。也可以储存滴定结果和打印滴定曲线与测定结果。

### 二、试剂及仪器设备

#### 1. 试剂

- (1) 浓硫酸 (GB625—77)
- (2) 混合加速剂：100 克硫酸钾 (HG3—920—76)，10 克硫酸铜 (GB665—78) 和 1 克硒粉研细混匀。
- (3) 氢氧化钠溶液：取 400 克 NaOH (GB629—76) 加水至一升。
- (4) 盐酸标准溶液：取浓 HCl (GB622—76) 1.66mL 加水至一升，准确标定其浓度。
- (5) 硼酸溶液：20g 硼酸 (GB628-78) 加水至一升。

#### 2. 仪器设备

- (1) 定氮的消化及蒸馏装置；
- (2) FJA-1 型常规分析仪器工作站 (中科院南京土壤所技术服务中心研制)
- (3) 微机电位滴定应用程序 (中科院南京土壤所技术服务中心提供)<sup>[2]</sup>。

### 三、分析过程

#### 1. 样品前处理

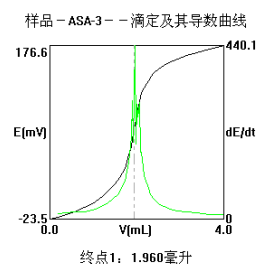
称土 0.5—1 克，放入 50mL 开氏瓶中，加入 1.8 克混合催化剂和 5mL 浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ，在可调节温度的电炉上消化 1.5—2 小时，取下冷却，洗入微量定氮蒸馏器中，加氢氧化钠溶液 20—25mL 蒸馏，用硼酸溶液在 100mL 烧杯中吸收蒸出的  $\text{NH}_3$ ，蒸好后的溶液将用于滴定。

#### 2. 微机滴定操作

将上面蒸馏好的溶液放在滴定台上，以 pH 玻璃电极为指示电极，饱和甘汞电极为参比

电极，在机械搅拌的情况下，以盐酸标准溶液为滴定剂，进行微机控制的电位自动滴定。滴定程序启动后，首先进行人机对话，输入必要的参数、测量方式和滴定条件。

在作样品定分析时，不再打入上述参数，只要打入样品号和初给体积(视滴定剂用量大小来确定，这样可以加快滴定速度)，就能自动滴定，直至滴定到终点。如图所示。也可以打印曲线与储存和打印测定结果。



#### 四、结果与讨论

1. 用 FJA-1 型工作站(自动控制终点滴定法)首先用盐酸标准溶液对硼砂溶液进行了 5 次与手工对比滴定，其结果如表 1 所示。

序号	工作站滴定 mL	人工滴定 mL
1	5.752	5.75
2	5.755	5.80
3	5.739	5.70
4	5.733	5.65
5	5.742	5.75
平均值 X	5.744	5.73
标准差 $S_x$	0.009	0.057
变异系数 (CV%)	0.16	0.99

样品号	工作站滴定 N%	人工滴定 N%
31	0.097	0.094
32	0.034	0.034
33	0.040	0.038
ASA-3	0.098	0.100

用 FJA-1 型工作站(自动控制终点滴定法)和手工滴定的方法对土壤样品的全氮进行了对照分析，分析结果如表 2 所示。

根据实验结果，表明微机控制的电位滴定具有较高的测定精度和好的重现性。在滴定剂的耗用量在 5mL 左右时变异系数小于 0.16%，小于人工滴定的变异系数 0.99%。两种滴定方法对样品的对比测定，其结果完全符合要求。

2. 微机控制的电位自动滴定不但能打印出滴定结果，同时还能绘出滴定曲线可以进一步判断结果的可靠性。如果由于某种原因，不能自动判别终点时，可用人工生成终点功能产生终点。

3. 整个滴定过程全部自动化，不需要操作者参与。因此在滴定时，操作者可以做其他工作，提高工作效率和分析速度。

#### 参考文献

- [1] 中国科学院南京土壤所，土壤理化分析，上海科学技术出版社，1978。
- [2] 方建安、王教生、杨坤奎、分析仪器，(2)，(26) 1989。