

土壤矿质氮分析方法的影响因素研究

苏 涛^{1,2}, 司美茹², 王朝辉¹, 李生秀¹

(1. 西北农林科技大学资源环境学院, 陕西 杨凌 712100; 2. 曲阜师范大学生命科学学院, 山东 曲阜 273165)

摘 要:为探明土壤矿质氮分析方法的影响因素,应用采自果园、菜园、麦田、麦田休闲地和草地的 5 种土样,研究了土样预处理方式、KCl 浸提液的保存方式对用连续流动分析仪测定土壤矿质氮具体测定方法的影响。结果表明,土样预处理方式和浸提液保存方式都不同程度地影响土壤中矿质氮的测定结果。方差分析结果进一步表明各种影响因子对土壤硝态氮含量测定值的影响较铵态氮大。采用鲜土直接测定、KCl 浸提液不保存直接用连续流动分析仪测定能更准确地反映出土壤矿质氮的实际含量。

关键词:土样预处理; 浸提液保存; 硝态氮; 铵态氮

中图分类号:S151.9 **文献标识码:**A **文章编号:**1672-2043(2005)06-1238-05

Effects of Pretreatment, Shaking and Conserving Method and Extracting Solution on Results for Soil Mineral Nitrogen

SU Tao^{1,2}, SI Mei-ru², WANG Zhao-hui¹, LI Sheng-xiu¹

(1.College of Resources and Environmental Science,Northwest Sci-Tech University of Agriculture and Forestry,Yangling, Shaanxi 712100, China; 2.College of Life Science, Qufu Normal University, Qufu, Shandong 273165, China)

Abstract:There were many methods to analyze soil mineral nitrogen,most of these methods were using extraction directly by chemical reagent.In recent years,extracting methods of soil mineral nitrogen by KCl solution and determining that by continuous flow analyzer were widely used.In order to ascertain factors affecting analytical methods of soil mineral nitrogen,we used five soil samples taken from orchard,vegetable field,wheat field,fallow of wheat field and grassland to study influence of the method with soil pretreatment and conserving method of KCl extracting solution on specific methods by continuous flow analyzer determining soil mineral nitrogen.The results indicated that:soil pretreatment,pore diameter size of sieve used in soil filtered, ratio between solution and soil,shaking time and conserving method of KCl extracting solution exhibited effects on final results in soil mineral nitrogen at different degrees.Analysis of variance indicated that the effects of various factors on measuring results in soil nitrate nitrogen was lager than that on measuring result in ammonium nitrogen.When measuring soil mineral nitrogen,we needed to use directly fresh soil sample and fresh KCl extracting solution daily prepared. It has been noticed that the sample was measured by continuous flow analyzer because real contents of soil mineral nitrogen were more obtained.

Keywords:soil pretreatment;conserving method of KCl extracting solution;nitrate nitrogen;ammonium nitrogen

土壤矿质氮主要包括铵态氮和硝态氮,它有两方面的来源,一是施入氮肥的残留,二是土壤中有肥的矿化^[1]。矿质氮测定方法很多,利用化学试剂直接浸

取土壤中矿质氮素的方法多不胜数。20 世纪 50 年代,Bremner^[2]和 Keeney^[3]等先后对此进行了评述。用沸水、中性盐等所谓的温和浸取剂来浸取土壤中的可矿化氮近来更受关注。这类浸取剂不像酸、碱等会在浸取过程中引起土壤性质的巨大变化,可更好地反映土壤矿质氮的实际情况。与此同时,不少研究者也在探索物理、电化学方法,近十年来在电渗析基础上发展起来的电超滤方法倍受重视^[4]。

土壤矿质氮的测定方法尽管很多,但用 KCl 溶液

收稿日期:2005-02-26

基金项目:国家自然科学基金项目(40201028, 30230230 和 30370843);
农业部“948”重大项目(2003-Z53);曲阜师范大学硕士
科研启动基金项目

作者简介:苏 涛(1978—),男,硕士,主要从事土壤环境方面的研究。
E-mail:vincenttao2@163.com

浸提土壤中的矿质氮,以连续流动分析仪测定浸提液中的硝态和铵态氮的方法已被广泛采用^[1,5,6]。除 KCl 外,CaCl₂ 溶液也可用来作为浸提剂^[6,7]。但在实际操作中,所用 KCl 浓度、液土比、振荡时间等又各不相同^[8,9],没有一定的标准。此外,在土样前处理过程中,所选用土样筛孔直径也各不相同^[9,10]。虽然用该方法测定土壤矿质氮含量准确、简便,但土样数量过多时,采回的土样往往不能立刻处理、浸提、分析测定,需要将土样、浸提液保存一定时间。然而如何保存、保存多久,才不会影响土壤矿质氮的浸出量和待测液中硝、铵态氮的测定结果呢?尚未见系统的报道。本试验以 1 mol·L⁻¹KCl 溶液作浸取剂,研究了土样预处理、和浸提液保存方式对土壤矿质氮测定值的影响。

表 1 供试土壤基本理化形状
Table 1 Basic physical and Chemical properties of the tested soils

土样	有机质 /g·kg ⁻¹	全氮 /g·kg ⁻¹	硝态氮 /mg·kg ⁻¹	铵态氮 /mg·kg ⁻¹	速效磷 /mg·kg ⁻¹	速效钾 /mg·kg ⁻¹	含水量 /%	pH
果园	18.67	1.14	6.36	3.03	15.23	194.68	11.57	8.26
菜园	20.10	1.67	78.13	2.28	56.94	234.59	10.51	8.19
麦田	11.53	0.86	10.60	2.42	29.67	189.37	10.21	8.28
麦田休闲地	12.62	0.73	13.04	2.45	20.68	176.56	7.33	8.37
草地	10.36	0.34	7.31	2.37	10.37	169.40	12.78	8.12

1.2 试验设计与方法

1.2.1 土样预处理方式对土壤矿质氮测定结果的影响

土样采回后,将每种土壤类型的土样分成 6 份。第 1 份土样过 2 mm 筛后,称取鲜土样 5.00 g 置于振荡瓶中,加入 1 mol·L⁻¹KCl 溶液 50 mL。置于振荡机于振速 120 r·min⁻¹ 下,振荡 60 min 后,取出过滤液。滤液保存在塑料瓶中,置于 4℃冰箱冷藏;第 2 份土样过筛后置于室温下风干,风干土样同样按上述操作,加入 KCl 溶液浸提、振荡、过滤、冷藏浸提液;第 3、4、5 和 6 份土样也是过筛,分别将土样先置于 4℃冰箱保存 3 d、1 周、2 周和 3 周后再浸提、振荡、过滤和冷藏。待 6 份土样均浸提结束后,用连续流动分析仪测定浸提液中的硝态氮和铵态氮含量。每个处理均为 5 次重复。

1.2.2 KCl 浸提液保存温度对土壤矿质氮测定结果的影响

土样采回后,将每种类型的鲜土样过孔径为 2 mm 的筛子后,称取土样 5.00 g 于振荡瓶中,加入 1 mol·L⁻¹KCl 溶液 50 mL,振荡 60 min 后过滤,滤液分为两份,一份置于室温下,另一份置于 4℃冰箱分别

1 材料与方法

1.1 供试土壤

选取西北农林科技大学附近果园、菜园、麦田、麦田休闲地、草地 5 种土样。供试土样为瘠土,质地重壤,微碱性。果园和菜园土样选自西北农林科技大学灌溉试验站,果园采样时种植的是苹果,菜园是塑料日光大棚,种植的是萝卜;麦田和麦田休闲地土样选自西北农林科技大学农作一站长年试验地,休闲地前作是夏玉米;草地土样选自西北农林科技大学校园内人工绿化草地。于 2003 年 4 月采集以上 5 种土样,除去表面浮土,选取 5 个采样点,用铲子采集 0~20 cm 土层的土样,混匀后,取 1 kg 作为分析样品。各土样基本理化性状见表 1。

保存 6 周后,用连续流动分析仪测定其中的硝态氮和铵态氮含量。每个处理均为 5 次重复。

1.2.3 KCl 浸提液保存时间对土壤矿质氮测定结果的影响

土样采回后,将每种类型的鲜土样过孔径为 2 mm 的筛子后,称取土样 5.00 g 于振荡瓶中,加入 1 mol·L⁻¹KCl 溶液 50 mL,振荡 60 min 后过滤,滤液分为 4 份,第 1 份直接用连续流动分析仪分别测定其中的硝态氮和铵态氮含量,其余 3 份分别置于 4℃冰箱内保存 2 周、4 周和 6 周后再用连续流动分析仪测定。每个处理均为 5 次重复。

1.3 分析方法

土壤理化性质以常规方法测定。土壤有机质用重铬酸钾容量法测定,全氮用半微量开氏法测定,速效磷用钼锑抗比色法测定,速效钾用火焰光度法测定,含水量用烘干法测定,pH 用电位法测定^[11]。土壤硝态氮和铵态氮用连续流动分析仪测定^[12]。

1.4 数据的统计分析

试验结果的方差分析采用唐启义 DPS 统计软件进行统计分析,多重比较采用最小显著差数法(LSD

检验法)。

因土壤类型而异。果园土和草地土分别相差 2.9 和 1.9 mg·kg⁻¹,达到显著水平,菜园土则差异不显著。风干处理的土壤矿质氮测定值也要明显高于鲜土,两者之间差异介于 4.3~11.6 mg·kg⁻¹,也都达到显著水平。土壤在干燥过程中,温度对土壤无机态氮的数量有较大影响,对土壤氮素的矿化有明显的促进作用,见表 2。这一现象称之为干土效应^[13]。有关报道认为,经干燥处理后,土壤有机质结构发生破坏,矿化作用加强,产生的 NH₄⁺-N 和 CO₂ 增多;土壤中代换性铵和可溶性铵总量明显增加,黑钙土经干燥后 NH₄⁺-N 含量提高 1~3 倍。土壤干燥过程对 NO₃⁻-N 含量的影响尚没有一致的结论。但土壤干燥引起 NO₃⁻-N 数量的变化

2 结果与分析

2.1 土样预处理方式对土壤矿质氮测定结果的影响

土样采回后,在时间允许的情况下一般就直接用鲜土样测定土壤矿质氮含量,但当土样数量多,或由于其他原因不能立即浸提土样时,就需要将土样保存待用。

土样预处理方式明显影响土壤矿质氮含量的测定值,不同土样经风干处理,铵态氮测定值明显高于鲜土,两者差异介于 4.3~9.0 mg·kg⁻¹,达显著水平。风干处理亦使土壤的硝态氮测定值增高,但增加的幅度

表 2 土样预处理方式对土壤矿质氮含量测定值的影响(mg·kg⁻¹)
Table 2 Effects of soil pretreatment on results of soil mineral nitrogen(mg·kg⁻¹)

土壤类型	预处理方式	硝态氮含量	铵态氮含量	矿质氮含量
果园	鲜土	8.5±0.4	0.0±0.0	8.5±0.4
	风干土	11.4±0.6	8.7±2.5	20.1±2.8
	冷藏 3 d	10.9±0.6	3.5±1.4	14.5±1.8
	冷藏 1 周	11.9±1.0	4.1±0.8	15.9±1.9
	冷藏 2 周	13.8±0.6	2.8±1.0	16.6±1.0
	冷藏 3 周	14.6±0.7	2.0±0.9	16.6±0.6
	LSD _{0.05}	1.0	1.9	2.4
菜园	鲜土	35.1±2.2	0.3±0.8	35.4±2.5
	风干土	36.0±0.8	9.3±1.2	45.3±1.6
	冷藏 3 d	35.4±1.4	3.8±1.1	39.2±2.0
	冷藏 1 周	36.3±1.7	1.4±1.7	37.7±2.1
	冷藏 2 周	41.7±2.1	2.3±0.9	44.0±2.8
	冷藏 3 周	41.5±2.3	1.6±1.3	43.1±2.6
	LSD _{0.05}	2.7	1.8	3.3
麦田	鲜土	7.1±0.9	0.5±0.5	7.6±1.1
	风干土	8.2±1.2	7.2±1.9	15.4±1.7
	冷藏 3 d	9.4±0.6	3.1±0.8	12.4±1.2
	冷藏 1 周	9.5±0.6	1.0±0.7	10.5±1.3
	冷藏 2 周	10.3±0.6	3.3±0.8	13.6±1.0
	冷藏 3 周	11.1±0.4	2.3±1.4	13.4±1.1
	LSD _{0.05}	1.1	1.6	1.8
休闲地	鲜土	14.0±1.2	2.2±2.3	16.2±2.8
	风干土	14.0±0.6	6.5±0.8	20.5±0.8
	冷藏 3 d	16.4±0.5	2.5±0.2	18.9±0.7
	冷藏 1 周	17.9±0.4	0.8±1.2	18.6±1.1
	冷藏 2 周	17.3±0.3	2.6±1.5	19.9±1.7
	冷藏 3 周	19.8±1.0	5.4±4.1	25.2±4.6
	LSD _{0.05}	1.1	3.1	3.5
草地	鲜土	1.0±0.3	1.5±2.0	2.5±2.2
	风干土	2.9±0.1	8.0±1.4	10.9±1.3
	冷藏 3 d	2.2±0.2	3.4±0.7	5.6±0.9
	冷藏 1 周	2.6±0.1	2.2±2.3	4.8±2.3
	冷藏 2 周	4.1±0.4	2.6±0.4	6.7±0.8
	冷藏 3 周	8.5±2.3	2.5±0.6	11.0±2.0
	LSD _{0.05}	1.4	2.1	2.5

主要表现为含量的下降,典型黑钙土经干燥处理后其土样 NO₃⁻-N 含量减少 1/3^[14]。本试验得出的结果是风干土的硝态氮含量反而比鲜土高。

由表 2 还可知,将采回的土样先放置于 4℃冰箱保存一定时间后土壤矿质氮含量测定值也要高于用鲜土直接测定,尤其是土壤硝态氮,随着保存时间的延长硝态氮测定值也有增加的趋势,这在某些土壤类型中表现的更加明显。果园土中,在冰箱保存 3 d、1 周、2 周和 3 周后的土壤硝态氮含量分别比鲜土直接测定高 2.4、3.4、5.3 和 6.1 mg·kg⁻¹,差异都达到显著水平。而在草地土中只有当土样在冰箱保存 1 周后硝态氮含量测定值才与鲜土直接测定差异显著。冰箱保存一定时间后土壤铵态氮测定值也要高于鲜土直接测定,但随着保存时间的延长其变化规律并不像硝态

氮那样明显,而土壤矿质氮含量测定值的变化规律更接近于硝态氮,随着时间的延长而有增加的趋势。

因此,用鲜土直接分析得出的矿质氮含量反映的是田间真实状况,较其他处理更能说明问题。土样预处理方式采用鲜土直接分析较好。

2.2 KCl 浸提液保存方式对土壤矿质氮含量测定结果的影响

由于试验测定工作安排,从样品浸提完成到上机测定往往需要经过很长时间,所以待测液需在 4℃冰箱内保存一段时间。但很少有人考虑到浸提液保存在冰箱中是否会影响到土壤矿质氮的测定结果。对浸提液在室温和冰箱内保存不同时间的测定结果进行比较发现:

KCl 浸提液保存温度基本上对土壤矿质氮含量

表 3 KCl 浸提液保存温度对土壤矿质氮含量测定值的影响(mg·kg⁻¹)
Table 3 Effects of conserving time of KCl extracting solution on soil mineral nitrogen (mg·kg⁻¹)

土壤类型	保存方式	硝态氮含量	铵态氮含量	矿质氮含量
果园	室温	4.9±1.2	0.1±0.2	5.0±1.2
	4℃冰箱	5.9±0.8	0.8±1.5	6.7±2.2
	LSD _{0.05}	1.7	1.7	2.9
菜园	室温	114.5±0.3	1.7±1.7	116.2±1.6
	4℃冰箱	114.2±0.2	0.3±0.4	114.5±0.4
	LSD _{0.05}	0.4	2.0	1.9
麦田	室温	40.6±0.9	1.9±1.5	42.5±2.0
	4℃冰箱	39.8±0.6	0.1±0.2	40.0±0.6
	LSD _{0.05}	1.2	1.8	2.4
休闲地	室温	9.1±1.2	1.2±1.6	10.3±2.6
	4℃冰箱	8.3±0.6	0.0±0.0	8.3±0.6
	LSD _{0.05}	1.6	1.8	3.1
草地	室温	38.9±0.7	1.0±1.4	39.9±2.0
	4℃冰箱	39.6±0.5	0.1±0.1	39.6±0.4
	LSD _{0.05}	1.0	1.6	2.4

测定值没有影响(表 3)。各个土壤类型的土壤硝态氮和铵态氮含量测定值在室温和 4℃冰箱保存 6 周后差异都不显著。麦田土样的矿质氮含量测定值在室温和 4℃冰箱保存 6 周后差值是 2.5 mg·kg⁻¹,达显著水平外,而其余土壤类型均无差异,见表 3。可见,如果没有冰箱,可以把浸提液暂时在室温下保存。

浸提液在冰箱的保存时间可明显影响土壤矿质氮含量的测定值。除了菜园土外,相对于不保存的处理,浸提液保存一定时间土壤硝态氮和矿质氮含量测定值有增大的趋势。例如,草地土样的浸提液保存 2、4 和 6 周后,硝态氮和矿质氮含量测定值比不保存分别增大 6.4、4.7、11.1 mg·kg⁻¹ 和 9.6、5.8、9.6 mg·kg⁻¹,差异均显著;而铵态氮含量的测定值有减少趋势,这

在其他一些土样中表现更为明显。如,休闲地土壤浸提液在冰箱冷藏 6 周后土样中没有检测出有铵态氮,见表 4。

总之,综合表 3 和表 4 结果,KCl 浸提液最好不保存直接用连续流动注射分析仪测定,能更准确地反映土壤中矿质氮的真实含量。

3 结论

(1)直接用刚采回的新鲜土样浸提所得出的矿质氮含量能更好地反映田间真实状况。

(2)KCl 浸提液最好不经保存,而直接用连续流动分析仪测定,这样能更准确地反映土壤中矿质氮的真实含量。

表 4 浸提液在 4℃的冰箱内保存不同时间对矿质氮含量测定值的影响(mg·kg⁻¹)

Table 4 Effects of conserving time of KCl extracting solution at 4℃ refrigerator on soil mineral nitrogen (mg·kg⁻¹)

土壤类型	保存时间 (周)	硝态氮含量	铵态氮含量	矿质氮含量
果园	0	3.0±0.7	1.2±1.3	4.2±1.7
	2	5.1±0.1	3.5±1.5	8.6±1.6
	4	8.3±0.4	3.0±1.1	11.3±1.4
	6	5.9±0.8	0.8±1.5	6.7±2.2
	LSD _{0.05}	0.9	2.0	2.6
菜园	0	85.4±0.9	1.5±1.1	86.9±1.5
	2	108.9±0.2	4.2±0.5	113.1±0.7
	4	80.0±0.2	2.9±0.9	82.9±1.0
	6	114.2±0.2	0.3±0.4	114.5±0.4
	LSD _{0.05}	0.7	1.2	1.5
麦田	0	29.8±2.8	2.5±0.7	32.3±2.3
	2	37.9±4.6	4.5±2.3	42.4±5.5
	4	33.1±0.9	2.9±2.0	36.0±1.9
	6	39.8±0.6	0.1±0.2	40.0±0.6
	LSD _{0.05}	4.1	2.3	4.7
休闲地	0	4.7±0.5	2.5±0.8	7.3±1.3
	2	7.3±0.5	4.0±1.9	11.3±2.0
	4	9.5±0.4	2.9±2.2	12.3±2.3
	6	8.3±0.6	0.0±0.0	8.3±0.6
	LSD _{0.05}	0.8	2.3	2.5
草地	0	28.5±0.5	1.5±0.8	30.0±0.6
	2	34.9±1.3	4.6±1.0	39.6±0.6
	4	33.2±0.6	3.6±1.9	35.8±1.8
	6	39.6±0.5	0.1±0.1	39.6±0.4
	LSD _{0.05}	1.2	1.7	1.5

参考文献:

[1] 巨晓棠,李生秀.旱地土壤供氮能力研究的发展[J].干旱地区农业研究,1993,11:43-48.

[2] Bremner J M.Nitrogen Availability Indexes.Methods of Soil Analysis, part 2[M].Am.Soc.Agron.Madison.wis.1965.1324-1345.

[3] Keeney D R.Nitrogen Availability Indexes. Methods of Soil Analysis, Part2[M].Am.Soc. Agron.Madison.wis.1982.711-733.

[4] 李生秀,肖俊璋,等.几种测氮方法在反映旱地土壤供氮能力方面的效果[J].干旱地区农业研究,1992,10:72-80.

[5] 郭胜利,郝明德,等.黄土高原沟壑区不同施肥条件下土壤剖面中矿质氮的分布特征[J].干旱地区农业研究,2000,18:22-28.

[6] 周顺利,张福锁,王兴仁.土壤硝态氮时空变异与土壤氮素表观盈亏.Ⅱ夏玉米[J].生态学报,2002,22(1):48-53.

[7] 刘学军,巨晓棠,等.基施氮肥对土壤剖面中无机氮动态的影响[A].见:中国土壤学会编.青年学者论土壤与植物营养科学[C].北京:中国农业科技出版社,2001.227-234.

[8] 樊 军,郝明德,党廷辉.旱地长期定位施肥对土壤剖面硝态氮分布与累积的影响[J].土壤与环境,2000,9(1):23-26.

[9] 杨学云,张树兰,袁新民,等.长期施肥对壤土硝态氮分布、累积和移动的影响[J].植物影响与肥料学报,2001,7(2):134-138.

[10] Best E K.An automated method for determining nitrate-N in soil extract[J].*Queensland Agric J*,1976,33:161-165.

[11] 史瑞和.土壤农化分析(第二版)[M].北京:农业出版社,1998.

[12] 李生秀,贺海香,李和生,等.关于供氮指标的研究Ⅱ.评价 EUF 析滤出的矿质氮在反映土壤供氮能力方面的效果 [J]. 土壤学报,1993,30(4):447-452.

[13] 宋建国,毛达如,等.土壤干燥过程对土壤易矿化有机氮的影响[J].植物营养与肥料学报,2001,7(2):183-188.

[14] 张道勇,译.土壤分析样本的干燥、贮存和制备对土壤农化性质的影响[J].土壤学进展,1989,2:45-52.