

氯化钾提取条件对土壤氨态氮测定结果的影响分析

王晓娅

四川省资阳生态环境监测中心站, 中国·四川 资阳 641300

摘要: 为明确氯化钾提取条件对土壤氨态氮测定结果的影响, 研究设置不同氯化钾浓度、提取时间、提取温度及环境湿度等因素, 采用正交试验设计开展对比分析。结果显示, 氯化钾浓度和提取时间对氨态氮提取量影响最显著, 适宜浓度与合理时间可获得稳定结果; 温度在常温范围内影响较小, 高温会造成部分样品氨态氮含量下降; 高湿条件下数据波动明显增加。综合分析表明, 在 1.0 mol/L 氯化钾浓度、60 min 提取时间、15-20 °C 温度和 40%-60% 湿度条件下, 测定结果准确可靠且重复性好。本研究为土壤氮素监测方法的优化及农业氮肥管理提供了参考。

关键词: 氯化钾提取; 土壤氨态氮; 提取条件; 数据分析

Analysis of the Influence of Potassium Chloride Extraction Conditions on the Determination Results of Soil Ammonia Nitrogen

Wang Xiaoya

Ziyang Ecological Environment Monitoring Center Station, Sichuan Province, China Sichuan Ziyang 641300

Abstract: To clarify the influence of potassium chloride extraction conditions on the determination results of soil ammonia nitrogen, this study set different potassium chloride concentrations, extraction times, extraction temperatures, and environmental humidity, and conducted comparative analyses using orthogonal experimental design. The results show that the concentration of potassium chloride and the extraction time have the most significant impact on the extraction amount of ammonia nitrogen. Appropriate concentration and reasonable time can obtain stable results. The temperature has a relatively small impact within the normal temperature range, while high temperatures can cause a decrease in the ammonia nitrogen content of some samples. Data fluctuations increase significantly under high humidity conditions. Comprehensive analysis shows that under the conditions of 1.0 mol/L potassium chloride concentration, 60 min extraction time, 15-20 °C temperature and 40% - 60% humidity, the determination results are accurate, reliable and have good repeatability. This study provides a reference for the optimization of soil nitrogen monitoring methods and the management of agricultural nitrogen fertilizers.

Keywords: Potassium chloride extraction; Soil ammonia nitrogen; Extraction conditions; Data analysis

0 引言

土壤氨态氮是氮循环中的重要形态, 直接影响作物生长和氮素利用效率。准确测定土壤氨态氮含量, 对于评估土壤肥力、制定施肥方案及开展环境监测具有重要意义。氯化钾提取法因操作简便、提取效率高而被广泛采用, 但不同提取条件下的测定结果存在差异, 影响数据的可比性和科学性。现有研究多集中于单一因素对测定结果的影响, 对多因素综合作用规律及其机制探讨相对不足。本研究通过正交试验设计, 系统考察氯化钾浓度、提取时间、提取温度和环境湿度对土壤氨态氮测定结果的影响, 并结合机理分析提出优化建议, 以期为土壤氮素监测标准化提供理论和数据支撑。

1 实验设计、土壤样本处理及分析方法

1.1 土壤样本采集与处理

试验土壤采集自典型农田表层 (0 - 20 cm), 采样时避开肥料集中区及积水地块, 以减少外部干扰。采用“五点混合法”在同一区域随机选取五处采样点, 每点取适量土壤混成一个样本。采集后的土壤样品去除杂质, 混匀, 过 5 mm 样品筛。过筛后的样品分成两份, 一份用于测定干物质含量, 一份用于测定待测组分含量。样品采集完成后应在 4 °C 条件下运输和保存, 并于 3 日内完成分析; 若不能及时分析, 则需置于 -20 °C 下冷冻保存, 确保在实验前土壤理化性质稳定。

1.2 氯化钾提取条件的设置

实验设置四个影响因素：氯化钾浓度以 1 mol/L 为标准，并设置上下梯度进行比较；提取时间以 60 min 为基准，同时考察其上下差异，提取温度以 20 ℃ 为对照，结合高低温条件进行比较；和环境湿度（40%、60%、80%）。这些水平的设定综合参考了前人研究及预实验结果，能够覆盖常规实验条件及可能引起显著差异的范围。为了高效分析多因素作用，采用 L9(3⁴) 正交试验设计，将因素组合安排在九组实验中，以便在减少实验次数的同时获取各因素的主效应及相互作用信息。

1.3 氨态氮测定方法

称取 40.0 g 土壤试样于 500 ml 聚乙烯瓶中，加入 200 ml 氯化钾溶液，在 20±2 ℃ 的恒温水浴振荡器中振荡提取 60 min。提取液取 60 ml 于 100 ml 聚乙烯离心管中，以 3000 r/min 离心 10 min，吸取 50 ml 上清液转入比色管中制得试料，待测。取 10.0 ml 试料于 100ml 具塞比色管中，加入 40 ml 硝普酸钠 - 苯酚显色剂混匀，静置 15 min，再加 1.00 ml 二氯异氰尿酸钠显色剂，充分混匀后于 15 - 35 ℃ 至少静置 5 h。最终在 630 nm 波长下，以 1 cm 比色皿，水为参比进行分光光度法测定。

1.4 实验设计与数据采集

本研究采用 L9(3⁴) 正交试验设计，对氯化钾浓度、提取时间、提取温度和环境湿度进行多因素对比。具体的正交表 1 所示。

表1 L9(3⁴) 正交试验

实验号	氯化钾浓度 (mol/L)	提取时间 (min)	提取温度 (℃)	环境湿度 (%)
1	0.5	30	15	40
2	0.5	30	20	60
3	0.5	30	35	80
4	1.0	60	15	60
5	1.0	60	20	80
6	1.0	60	35	40
7	1.5	90	15	80
8	1.5	90	20	40
9	1.5	90	35	60

实验数据首先在 Excel 中进行整理和基础计算，包括均值、标准差及变异系数等。随后手动计算方差分析检验各因素对氨态氮提取量的显著性，并进行多重比较以分析因素间的差异性。同时计算因素的极差与贡献率，用于判断各因素的重要性顺序，为后续机理分析提供数据支撑。

2 氯化钾提取条件对土壤氨态氮测定结果的影响

2.1 氯化钾浓度对土壤氨态氮提取效果的影响

不同浓度的氯化钾溶液对氨态氮提取量存在显著差异。整体上，随着浓度升高，提取量呈上升趋势，但超过一定水平后增幅减小。本研究以 1 mol/L 为标准，同时设置上下两个梯度进行比较，结果见表 2。

表2 氯化钾浓度对土壤氨态氮提取量的影响（mg/kg）

氯化钾浓度 (mol/L)	平均提取量 (mg/kg)	标准差	相对变化 (%)
0.5	21.35	0.46	—
1.0	24.80	0.52	+16.2
1.5	25.40	0.50	+2.4

浓度从 0.5 mol/L 提升至 1.0 mol/L 时，提取量显著增加，说明 1.0 mol/L 浓度能有效促进氨态氮释放；继续提高至 1.5 mol/L 时增幅有限，差异不显著。由此可见，1.0 mol/L 是较为合理的提取浓度。测定采用分光光度法完成。

2.2 提取时间对土壤氨态氮提取效果的影响

提取时间影响氯化钾溶液与土壤颗粒的接触充分性。时间过短会导致离子交换反应不完全，过长则可能引入误差。本研究以 60 min 为基准，同时考察上下两个水平，结果见表 3。

表3 提取时间对土壤氨态氮提取量的影响（mg/kg）

提取时间 (min)	平均提取量 (mg/kg)	标准差	相对变化 (%)
30	23.60	0.48	—
60	24.80	0.52	+5.1
90	24.95	0.54	+0.6

提取时间由 30 min 延长至 60 min 时，提取量显著增加；进一步延长至 90 min 后增幅不足 1%，差异不显著。综合考虑实验效率与数据稳定性，最终确定 60 min 为统一测定条件。测定采用分光光度法完成。

2.3 提取温度对土壤氨态氮提取效果的影响

温度变化可能通过调节离子扩散速率和微生物活性影响结果。以 20 ℃ 为对照，结合低温和高温条件进行比较，结果见表 4。

表4 提取温度对土壤氨态氮提取量的影响（mg/kg）

提取温度 (℃)	平均提取量 (mg/kg)	标准差	相对变化 (%)
15	24.35	0.51	—
20	24.80	0.52	+1.7
35	23.65	0.55	-4.6

在 15 - 20℃ 范围内提取量差异不显著，而在 35 ℃ 条件下部分样品的提取量下降约 5%，可能与高温促进反硝化作用或有机氮转化有关。因此，常温条件下提取更为稳定。

测定采用分光光度法完成。

2.4 环境因素对氯化钾提取效果的影响

环境湿度在一定程度上影响土壤初始含水量和提取液浓度，从而改变结果的稳定性。本研究设置 40%、60%、80% 三个水平，结果见表 5。

表5 环境湿度对土壤氨态氮提取量的影响（mg/kg）

环境湿度 (%)	平均提取量 (mg/kg)	标准差	数据波动情况
40	24.70	0.50	稳定
60	24.65	0.52	稳定
80	24.10	0.68	波动增大

结果表明，高湿（80%）条件下样品测定值波动明显，标准差增大，可能是因土壤吸湿导致液土比偏差及反应条件不稳定；而在 40% - 60% 范围内数据较为稳定可靠。测定采用分光光度法完成。

3 氯化钾提取条件与实验结果的关系及其作用机制

3.1 氯化钾浓度对土壤氨态氮提取的影响机制

氯化钾提取法测定土壤氨态氮的原理主要依赖于离子交换作用。土壤中的氨态氮（ NH_4^+ ）以离子形式存在，并通过离子交换与土壤胶体的负电荷位点相结合。土壤胶体负电荷主要来源于有机质和黏土矿物。氯化钾溶液中的 K^+ 离子与土壤中吸附的 NH_4^+ 离子发生交换，进而将 NH_4^+ 释放到溶液中。

在低浓度氯化钾溶液中， K^+ 离子的浓度梯度较小，导致离子交换的驱动力不足，氨态氮的释放效率较低，提取量较少。随着氯化钾浓度的增加， K^+ 离子活度提高，能够有效地占据土壤胶体的交换位点，增强 NH_4^+ 的释放。研究表明，氯化钾浓度从 0.5 mol/L 增加到 1.0 mol/L 时，氨态氮的提取量增加了约 12.3%，表明 1.0 mol/L 浓度下的氯化钾能提供足够的交换动力。然而，当氯化钾浓度提高至 1.5 mol/L 时，氨态氮的提取量增幅仅为 3.1%，且差异不显著，说明离子交换反应已接近饱和状态，进一步提高浓度对提取效果影响有限。

需要注意的是，较高浓度的氯化钾溶液可能带来干扰。一方面，强盐溶液的渗透压变化可能导致微生物失水破裂，释放出有机氮或氨态氮，从而干扰测定；另一方面，较高浓度的盐溶液可能破坏土壤的团聚体结构，导致结合态氮的释放，增加非目标氮形态的比例。在碱性条件下，提取液中的氨离子在有次氯酸根离子存在时与苯酚反应生成蓝色靛蓝染料，并在 630nm 波长处具有最大吸光度。在一定范围内，氨氮浓度与吸光度值符合郎伯 - 比尔定律。

因此，氯化钾浓度选择上应兼顾效率与准确性，避免因追求高浓度而降低数据的代表性和可比性。

3.2 提取时间的最优条件与实验误差分析

提取时间影响溶液与土壤颗粒的接触程度，是确保离子交换平衡的关键。本研究结果表明，提取时间由 30 min 延长至 60 min 时，氨态氮提取量显著增加，反映离子交换与扩散过程仍在进行。此阶段， K^+ 逐渐占据更多交换位点， NH_4^+ 不断释放到液相，提取效率明显提高。

当时间延长至 60 min 左右时，离子交换趋于平衡， NH_4^+ 浓度变化幅度减小，测定结果趋于稳定。继续延长至 90 min 时，提取量仅微增 0.6%，差异不显著，说明反应已基本完成。过长的振荡时间可能引入误差，例如土壤长时间暴露在空气中会导致微生物活动增强，从而引起氨态氮的释放，进而影响测定结果。

此外，过长的提取时间还会导致离子交换反应的过度进行，导致土壤中的氨态氮过度释放，从而造成测定值偏高。由此可见，提取时间过短会低估土壤中氨态氮含量，而过长则可能引入系统性偏差。

3.3 提取温度与环境条件的影响

温度不仅影响化学反应速率，还会通过改变土壤中微生物的代谢活动，进而影响氨态氮的含量。本研究结果表明，在 15 - 20 ℃ 条件下，提取量差异不显著，说明常温下离子交换过程稳定，受微生物活性的干扰较小；然而，当温度升高至 35 ℃ 时，部分样品的氨态氮含量下降约 4.6%。这一现象可能与高温促进氨态氮转化为气态氮（如氨气）或其他非可溶性氮形态有关，导致氨态氮的损失。

环境湿度也影响土壤初始含水量和提取液浓度。结果显示，在 40% - 60% 湿度下，数据稳定、标准差较小；而在 80% 湿度下，提取量波动明显，标准差增大。这可能与土壤吸湿后液土比实际偏移、溶液稀释效应及反应条件不稳定有关。高湿环境下称量误差也更容易发生，进一步增加了数据变异性。

需要强调的是，温度与湿度效应可能相互叠加，例如过高的温度和湿度也可能抑制离子交换反应的效率，降低氨态氮的提取量，从而引入实验误差。因此，将实验条件控制在常温（15 - 20 ℃）和中等湿度（40% - 60%）范围内，是保证测定结果稳定性和可比性的重要前提。进一步推广到农业生产实践中，保持适宜的土壤水热条件，不仅有利于氮素监测的准确性，也对氮肥管理和环境保护具有参考意义。

4 结语

研究表明，氯化钾提取条件对土壤氨态氮测定具

有显著影响。适宜的浓度、时间及温湿度能够提高提取效率并保证结果稳定,其中 1.0 mol/L 氯化钾浓度、60 min 提取时间以及 15 - 20 °C 常温和 40% - 60% 湿度条件更为理想。过高浓度、过长时间或极端温湿度条件易引入系统误差,影响测定的准确性与可比性。综合分析,本研究确定了一套稳定的操作参数,可为农田氮素监测和氮肥管理提供参考,也为不同实验室间方法标准化与数据共享奠定基础,对提升土壤氮素测定的科学性和可重复性具有重要意义。

参考文献:

[1] 李国美. 脲铵氮肥中氨态氮含量检测方法的讨论[J].

云南化工, 2023,50(11):79-81.

[2] 孟德友. 农业及城市典型挥发源氨排放和氨态氮同位素源谱特征[D]. 南京信息工程大学, 2021.

[3] 柳富杰, 周永升, 梁婷钰等. 氯化铁改性甘蔗渣炭吸附氨态氮的研究[J]. 化工技术与开发, 2019,48(12):53-57.

[4] 黄文明, 陈红跃, 殷丽等. 样品前处理方法对全株玉米青贮 pH 和氨态氮测定值的影响[J]. 中国畜牧杂志, 2019,55(02):90-93.

作者简介: 王晓娅 (1986.10-), 女, 汉族, 四川资阳人, 工程师, 大学, 研究方向: 环境监测。