



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

土壤氨挥发测定方法

Determination of ammonia volatilization from soil

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 测定原理 1

5 试剂、仪器和材料 2

6 监测点 3

7 采样和测定步骤 3

8 通量计算 5

9 监测报告 6

附录 A（规范性） 密闭采样装置 7

 A.1 装置结构 7

 A.2 测定流程 7

附录 B（规范性） 通气式采样装置 8

 B.1 装置结构 8

 B.2 测定流程 8

参考文献 9

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出。

本文件由全国土壤质量标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：中国科学院南京土壤研究所、西北农林科技大学、中国农业科学院农业资源与农业区划研究所、中国农业大学。

本文件主要起草人：施卫明、尹斌、刘宏斌、王林权、刘学军、闵炬、王远、赵旭、杨阳、田玉华、王洪媛。

土壤氨挥发测定方法

1 范围

本文件规定了土壤氨挥发测定方法的测定原理、试剂、仪器和材料、监测点、采样和测定步骤、通量计算和监测报告等。

本文件适用于农田、草地、林地等土壤氨挥发的测定。

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；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 601 化学试剂标准滴定溶液的制备

GB/T 4883 数据的统计处理和解释—正态样本离群值的判断和处理

GB/T 18204.2 公共场所卫生检验方法第2部分：化学污染物

HJ 666 水质 氨氮的测定 流动注射—水杨酸分光光度法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

土壤氨挥发 ammonia volatilization from soil

土壤向大气排放气态氨（ NH_3 ）的现象。

3.2 密闭采样 intermittent airflow enclosure

用密封罩子将测定区域隔离开，微型真空泵驱动气流，在24 h内抽气、停止、抽气、停止循环过程中，气流中氨被吸收液收集的采样方法。

3.3 通气采样 vented chamber for trapping ammonia

用非密封罩子将测定区域隔离开，在自然通气条件下，利用经氨吸收液浸润的海绵，采集挥发氨的采样方法。

4 测定原理

4.1 密闭采样—酸碱滴定/分光光度法

4.1.1 利用空气置换密闭室内的氨，挥发后的氨随抽气气流进入吸收瓶中，被瓶中氨吸收液吸收，通过酸碱滴定/分光光度法测定氨浓度，估算土壤表面挥发氨量及累积量。

4.1.2 密闭采样-酸碱滴定/分光光度法可适用于具备动力源的测定区域。

4.2 通气采样-分光光度法

通过通气式氨气捕获装置将土壤密闭，利用装置内含氨吸收液的海绵吸收土壤挥发的氨气，通过测定海绵内氨含量，估算土壤表面挥发氨量及累积量。

5 试剂、仪器和材料

5.1 试剂

5.1.1 0.05 mol/L 硫酸溶液

0.05 mol/L 硫酸溶液配制应按 GB/T 18204.2 执行。

5.1.2 2%硼酸+甲基红-溴甲酚绿混合指示剂

称量 20 g 硼酸溶于 950 mL 热蒸馏水，加入 20 mL 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂，然后调节 pH 至 4.5，定容至 1 L。

5.1.3 0.01 mol/L 硫酸标准溶液

0.01 mol/L 硫酸标准溶液配制应按 GB/T 601 执行。

5.1.4 磷酸甘油混合液

将 100 mL 磷酸与 80 mL 甘油混合，定容至 2 L。

5.1.5 1 mol/L 氯化钾溶液

称量 149.1 g 氯化钾溶于 500 mL 水中，定容至 1 L。

5.1.6 0.1 mol/L 硫酸铵溶液

称量 6.607 g 硫酸铵溶于水中，定容至 1 L。

5.1.7 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液

称量 4 g 氢氧化钠溶于水中，定容至 1 L。

5.1.8 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂

称取 0.66 g 甲基红与 0.99 g 溴甲酚绿于玛瑙研钵中，加入酒精研磨，吸取上层溶液于 1 L 容量瓶中，重复加入酒精研磨并吸取溶液的步骤，直至甲基红与溴甲酚绿全部溶解并移至容量瓶中，用酒精定容至 1 L。

注：除非另有注明，分析时均使用符合国家现行标准的分析纯化学试剂，实验用水为蒸馏水或去离子水。

5.2 仪器

仪器应包括下列内容：

- pH 计；
- 真空泵；
- 流量计；
- 温度计；
- 风速计；
- 迎风采样器；
- 分光光度计；
- 流动分析仪；
- 天平，精度为 0.001 g；
- 摇床；
- 冰箱；
- 半自动滴定管。

5.3 材料

材料应包括下列内容：

- 有机玻璃罩；
- PVC 管；
- 螺纹管；
- 橡胶管；
- 250 mL 洗气瓶；
- 玻璃缓冲瓶；
- 聚氨酯、硬度 B8 软海绵；
- 具塞比色管；
- 聚乙烯瓶；
- 2 L 玻璃烧杯；
- 50 mL 蒸发皿。

6 监测点

6.1 选择

监测田块应选择耕作方式、栽培模式、施肥水平以及灌溉排水等管理水平具有代表性的田块。

6.2 设计

土地利用方式相同的田块，每个监测点面积不小于15 m²。

7 采样和测定步骤

7.1 密闭采样-酸碱滴定/分光光度法

7.1.1 采样装置

密闭采样装置应按附录 A 执行。

7.1.2 氨吸收液准备

采用密闭采样-酸碱滴定法时，每次应加入 80 mL、2%硼酸+甲基红-溴甲酚绿混合指示剂（5.1.2）；采用密闭采样-分光光度法时，每次应加入 60 mL、0.05 mol/L 稀硫酸溶液（5.1.1）。

7.1.3 样品采集

7.1.3.1 采样时间宜为每日的 7:00~9:00 和 15:00~17:00。

7.1.3.2 采样时应打开真空泵，气室内换气速率应为（15~20）次/min。

7.1.4 氨吸收液测定

7.1.4.1 采用密闭采样-酸碱滴定法时，应采用 0.01 mol/L 硫酸标准溶液（5.1.3）滴定，记录酸的体积（V）。

7.1.4.2 采用密闭采样-分光光度法时，铵态氮浓度（C）应按 GB/T 18204.2 中的靛酚蓝分光光度法执行，对检测精度有更高要求时，铵态氮的浓度（C）应按 HJ 666 的流动注射-水杨酸分光光度法执行。当天未能测定，应放置在 4℃冰箱内保存，在一周内完成测定。

7.1.5 回收率和精确度测定

7.1.5.1 4 套蒸发皿中应分别加入已知铵态氮量的纯溶液作为气态氨挥发源，调整溶液 pH 值至 9 以上，置入采样装置内。

7.1.5.2 采样和测定步骤测定可参照本文件 7.1.2，7.1.3，7.1.4 执行。

7.1.5.3 回收率、重复性以及标准偏差，应根据测定蒸发皿中残留溶液中铵量，确定理论气态氨的挥发量，与测得氨挥发量比对计算确定。回收率和精确度应达 90%以上。

7.2 通气式采样-分光光度法

7.2.1 采样装置

采样装置应按附录 B 执行。

7.2.2 气态氨吸收液准备

磷酸甘油混合液（5.1.5）。

7.2.3 样品采集

7.2.3.1 每次采样前的下层海绵干重（ m_1 ）应记录。

7.2.3.2 采样宜间隔 1~3 天采样 1 次。

7.2.3.3 将 2 L 烧杯置于天平上调零后，放入下层海绵，加入 60 mL 氯化钾溶液（5.1.5），应记录质量（ m_2 ）。

7.2.3.4 挤压下层海绵不应少于 15 次，取 2 mL 洗脱液称重 (m_3)，洗脱液总体积 (V) 应为 $2 \times \frac{(m_2 - m_1)}{m_3}$ 。

7.2.4 氨吸收液测定

铵态氮浓度 (C) 测定应按 GB/T 18204.2 中的靛酚蓝分光光度法执行，对检测精度有更高要求时，铵态氮浓度 (C) 测定应按 HJ 666 的流动注射-水杨酸分光光度法执行。当天未能测定，应放置在 4℃ 冰箱内保存，在一周内完成测定。

7.2.5 回收率和精确度测定

7.2.5.1 10 mL 硫酸铵溶液 (5.1.7) 和 20 mL 氢氧化钠 (5.1.8) 溶液应按顺序分别加入到 4 套 50 mL 蒸发皿中，快速置入通气式氨气捕获装置内，并密封。

7.2.5.2 采样和测定步骤可参照本文件 7.2.2, 7.2.3, 7.2.4 执行。实际测得的铵离子含量占挥发铵离子理论值的百分数应为装置回收率 (R)。回收率和精确度应达 90% 以上。

8 通量计算

8.1 密闭采样-分光光度法

氨挥发量应按下式计算：

$$F = C \times 10^{-6} \times 60 \times \frac{10^4}{\pi \times r^2} \times 6 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

F ——氨挥发通量，单位为千克每公顷每天 ($\text{kg}/\text{hm}^2 \cdot \text{d}$)；

C ——吸收液铵态氮浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

60——稀硫酸吸收液体积，单位为毫升 (mL)；

10^{-6} ——质量转换系数；

10^4 ——面积转换系数；

r ——气室半径，单位为米 (m)；

6——24 h 与日氨挥发收集时间 4 h 的比值。

8.2 密闭采样-酸碱滴定法

氨挥发量应按下式计算：

$$F = V \times 10^{-3} \times C \times 0.014 \times \frac{10^4}{\pi \times r^2} \times 6 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

F ——氨挥发通量，单位为千克每公顷每天 ($\text{kg}/\text{hm}^2 \cdot \text{d}$)；

V ——滴定硫酸体积，单位为毫升 (mL)；

10^{-3} ——体积转换系数；

C ——滴定硫酸标定浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

0.014——氮原子相对原子质量，单位为千克每摩尔（kg/mol）；

10^4 ——面积转换系数；

r ——气室半径，单位为米（m）；

6——24 h 与日氨挥发收集时间 4 h 的比值。

8.3 通气式采样-分光光度法

氨挥发量应按下式计算：

$$F = \frac{C \times V \times 10^{-6} \times 10^4}{\pi \times r^2 \times D_i \times R} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

F ——氨挥发通量，单位为千克每公顷每天（kg/hm²·d）；

C ——洗脱液中的铵态氮浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V ——洗脱液总体积，单位为毫升（mL）；

r ——气室半径，单位为米（m）；

i ——表示第 i 次取样；

D_i ——第 i 次取样时装置实际累积吸收氨的时间，单位为天（d）；

R ——装置氨回收率。

8.4 异常值判断与处理

异常值判断与处理应按GB/T 4883执行。

9 监测报告

监测应形成报告，并应包括下列内容：

- 农田类型、气候状况；
- 采样人、采样时间和地点、采样方法；
- 分析人、检测仪器、分析方法、数据；
- 检测结果。

附录 A
(规范性)
密闭采样装置

A.1 装置结构

A.1.1 采样装置应包括换气杆、波纹管、罩子（空气交换室）、洗瓶、调节阀、流量计、缓冲瓶、微型真空泵及连接部件的乳胶管。换气杆通过波纹管与空气交换室顶部通气孔连接，空气交换室顶部另一个通气孔通过乳胶管与洗瓶中较长的L型通气管连接，洗瓶中较短的L型通气管通过乳胶管与调节阀连接，调节阀、流量计和微型真空泵通过乳胶管串联，见图A.1。

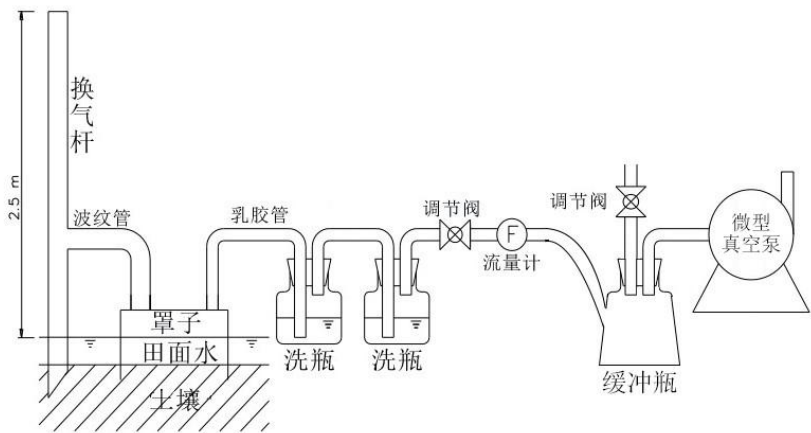


图 A.1 密闭式采样装置示意图

A.1.2 换气杆材质可采用中空聚氯乙烯；空气交换室材质可采用透明有机玻璃，直径20 cm，高15 cm，底部开放，顶部有2个通气孔；洗瓶材质可采用玻璃，瓶塞中包含长短两个L型通气管。

A.2 测定流程

空气从换气杆顶部进入，通过波纹管到达空气交换室，带动交换室内挥发的氨气进入洗瓶，经洗瓶中的吸收液将氨吸收，通过测定吸收液中氨的总量计算氨挥发量。采集样品时，将各部件依次连接，把空气交换室放置于待测区域，空气交换室底部插入土壤2 cm，将氨吸收液注入洗瓶，使液面没过洗瓶中较长的通气管口1 cm，开启微型真空泵，控制调节阀保持空气交换室内空气交换速率为（15~20）次/min，抽气结束后测定吸收液中氨的总量。

附录 B
(规范性)
通气式采样装置

B.1 装置结构

B.1.1 采样装置应包含圆柱形气室、圆柱形支柱、吸盘、圆盘形遮雨板，以及放置于气室内的下层吸收海绵和上层吸收海绵（测定前两层海绵灌注磷酸甘油混合液（5.1.4），见图B.1）。

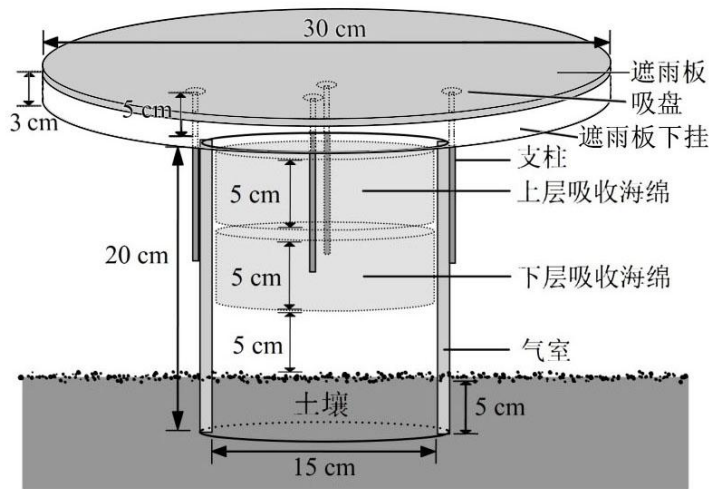


图 B.1 通气式氨气捕获装置示意图

B.1.2 圆柱形气室可采用聚氯乙烯或聚甲基丙烯酸甲酯，高20 cm，内径15 cm；；圆片形海绵应为2块，直径15.2 cm，厚5 cm；圆柱形支柱可采用竹木纤维或不锈钢，粘附在气室外壁上，顶部延伸出5 cm，应为4根，长15 cm，直径0.5 cm；吸盘应为4个，底部与圆柱形支柱连接，吸盘吸附在遮雨板底面；圆盘形遮雨板可采用聚氯乙烯或聚甲基丙烯酸甲酯，直径30 cm，边缘下挂3 cm。

B.2 测定流程

测定田间捕获挥发氨时，将圆柱形气室垂直插入土壤，插入深度为5 cm，将两层圆片形吸收海绵中分别用注射器注入20 mL磷酸甘油（5.1.4）。将两层海绵分别放置到气室内，下层吸收海绵距离地面5 cm，用于捕获土壤挥发的氨；上层吸收海绵用于消除外界空气中的氨对下层吸收海绵的干扰。遮雨板固定在圆柱形支柱顶端，与圆柱型气室间距5 cm。

参 考 文 献

- [1] Leuning R., Freney J.R., Denmead O.T., Simpson, J.R., 1985. A sampler for measuring atmospheric ammonia flux[J]. *Atmospheric Environment*, 19(7): 1117-1124.
- [2] Ma B.L., Wu T.Y., Tremblay N., Deen W., McLaughlin N.B., Morrison M.J., et al., 2010. On-Farm Assessment of the Amount and Timing of Nitrogen Fertilizer on Ammonia Volatilization[J]. *Agronomy Journal*, 102, 134-144.
- [3] Zhao X., Zhou Y., Wang S., Xing G., Shi W., Xu R. and Zhu Z., 2012. Nitrogen balance in a highly fertilized rice-wheat double-cropping system in southern China[J]. *Soil Science Society of America Journal*, 76(3): 1068-1078.
- [4] Yang Y., Zhou C.J., Li N., Han K., Meng Y., Tian X.X., et al., 2015. Effects of conservation tillage practices on ammonia emissions from Loess Plateau rain-fed winter wheat fields[J]. *Atmospheric Environment*, 104, 59-68.
- [5] 朱兆良, 陈荣业, 徐永福, 徐银华, 张绍林, 1979. 苏州地区平田黄泥土氮素供应过程的特点及其与氮肥施用方法的关系[J]. *土壤学报*, 16(3): 218-233.
- [6] 朱兆良, 蔡贵信, 徐银华, 张绍林, 1985. 种稻下氮肥的氨挥发及其在氮素损失中的重要性的研究[J]. *土壤学报*, 22(4): 320-328.
- [7] 朱兆良, Simpson J.R., 蔡贵信, 陈德立, Freney J.R., Jackson A.V., 1989. 石灰性稻田土壤上化肥氮损失的研究[J]. *土壤学报*, 26(4): 337-343.
- [8] 周伟, 田玉华, 曹彦圣, 尹斌, 2011. 两种氨挥发测定方法的比较研究[J]. *土壤学报*, 48(5): 1090-1095.
- [9] 田玉华, 贺发云, 尹斌, 朱兆良, 2007. 太湖地区氮磷肥施用对稻田氨挥发的影响[J]. *土壤学报*, 44(5): 893-900.
- [10] 田光明, 蔡祖聪, 曹金留, 李小平, 2001. 镇江丘陵区稻田化肥氮的氨挥发及其影响因素[J]. *土壤学报*, 38(3): 324-332.
- [11] 习斌, 张继宗, 左强, 邹国元, 翟丽梅, 刘宏斌, 2010. 保护地菜田土壤氨挥发损失及影响因素研究[J]. *植物营养与肥料学报*, 16(2): 327-333.
- [12] 雷杨莉, 王林权, 薛亮, 李志军, 尚浩博, 2009. 交替灌溉施肥对夏玉米土壤氨挥发的影响[J]. *农业工程学报*, 4: 41-46.
- [13] 罗健航, 赵营, 任发春, 陈晓群, 刘宏斌, 张学军, 2015. 有机无机肥配施对宁夏引黄灌区露地菜田土壤氨挥发的影响[J]. *干旱地区农业研究*, 33(4): 75-81.
- [14] 上官宇先, 师日鹏, 李娜, 韩坤, 李会科, 王林权, 2012. 垄作覆膜条件下田间氨挥发及影响因素[J]. *环境科学*, 33(6): 1987-1993.
- [15] 王朝辉, 刘学军, 巨晓棠, 张福锁, 2002a. 北方冬小麦/夏玉米轮作体系土壤氨挥发的原位测定[J]. *生态学报*, 22(3): 359-365.
- [16] 王朝辉, 刘学军, 巨晓棠, 张福锁, 2002b. 田间土壤氨挥发的原位测定——通气法[J]. *植物营养与肥料学报*, 8(2): 205-209.
- [17] 谢迎新, 张淑利, 赵旭, 熊正琴, 邢光熹, 2008. 长江三角洲地区雨水中 $\text{NH}_4^+-\text{N}/\text{NO}_3^--\text{N}$ 和 $\delta^{15}\text{NH}_4^+$ 值的变化[J]. *应用生态学报*, 19(9): 2035-2041.
- [18] 孙海军, 闵炬, 施卫明, 冯彦房, 李卫正, 初磊, 2015. 硝化抑制剂施用对水稻产量与氨挥发的影响[J]. *土壤*, 47(6): 1027-1033.

[19] 孙海军, 闵炬, 施卫明, 李卫正, 2015. 稻麦轮作体系养殖肥水灌溉对产量, 氨挥发和氧化亚氮排放的影响[J]. 土壤, 47(3): 503-508.

[20] 王远, 闵炬, 史培华, 马明坤, 郝雅琼, 施卫明, 2021. 稻麦轮作体系两种氨挥发监测方法比较研究[J]. 中国生态农业学报(中英文), 29(12): 1990-2001.
