

紫外可见分光光度计测定土壤中 亚硝酸盐氮的含量

UV-029

摘要: 本文参考 HJ 634-2012《土壤 亚硝酸盐氮的测定 分光光度法》对土壤中亚硝酸盐氮进行测试, 实验结果表明, 该方法线性关系良好, $r^2=0.99981$, 相对标准偏差 RSD=0.266%, 回收率在 70.3~90.4% 之间, 测得土壤中亚硝酸盐氮含量为 0.817 mg/kg。

关键词: 十二五 环境 紫外可见分光光度计 亚硝酸盐氮 土壤

亚硝酸盐氮 ($\text{NO}_2\text{-N}$) 是氮循环中不稳定的中间产物。目前我国水环境氮污染非常严重, 而农田土壤氮的淋失被认为是造成地下水污染的主要原因。人们为了提高单位面积产量, 氮肥越施越多, 于是有时候氮肥施用量已经超过了它实际需要的标准。

亚硝酸盐氮对环境以及生物会造成危害, 含高浓度亚硝酸盐的地下水被人饮用后, 可使人体血液中的二价铁氧化为三价铁, 结果血红蛋白就转变成成为高铁或变性血红蛋白, 从而丧失了携带氧的能力, 使人和动物因缺氧而患高铁血红蛋白症, 导致智力低下, 严重的可导致死亡。亚硝酸盐还会使人体发生致癌的危险, 亚硝酸盐在食物中、水中与二级胺、酰胺或类似氮氧化物发生反应, 形成直接致癌的亚硝基化合物。因此需要对环境土壤中亚硝酸盐含量进行检测, 以防污染水源。

本文参考 HJ 634-2012《土壤 亚硝酸盐氮的测定 分光光度法》对土壤中亚硝酸盐氮进行测试。

实验部分

1.1 原理

方法的原理: 氯化钾溶液提取土壤中的亚硝酸盐氮, 在酸性条件下, 提取液中的亚硝酸盐氮与磺胺反应生成重氮盐, 再与盐酸 N-(1-萘基)-乙二胺偶联生成红色染料, 在波长 543 nm 下具有最大吸收。在一定浓度范围内, 亚硝酸盐氮浓度与吸光度值符合朗伯-比尔定律。

1.2 仪器及器皿

岛津 UV-2600, 10 mm 石英比色皿

容量瓶: 若干

样品筛: 5 mm

离心机

振荡器

1.3 试剂

亚硝酸钠 (分析纯)

4-氨基苯磺酰胺 ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$) (分析纯)

N-(1-萘基)-乙二胺二盐酸盐

($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHC}_2\text{H}_4\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$) (分析纯)

磷酸: 15 mol/L, $\rho=1.70$ g/mL (分析纯)

氯化钾 (分析纯)

纯水

1.4 试剂配制

1.4.1 亚硝酸盐氮标准贮备液 (1000 mg/L): 称取 0.4926 g 亚硝酸钠, 用适量水溶解, 转移至 100 mL 容量瓶中, 定容, 摇匀。该溶液贮存在聚乙烯塑料瓶中, 4°C 下可以保存六个月。

1.4.2 亚硝酸盐氮中间标准液 I (100 mg/L): 吸取 10 mL 亚硝酸盐氮标准贮备液 (1.4.1) 置于 100 mL 容量瓶内, 定容, 摇匀。用时现配。

1.4.3 亚硝酸盐氮标准工作液 II (10 mg/L): 吸取 10 mL 亚硝酸盐氮中间标准液 I (1.4.2) 置于 100 mL 容量瓶内, 定容, 摇匀。用时现配。

1.4.4 磺胺溶液: 向 100 mL 容量瓶中加入 60 mL 水, 再加入 20 mL 浓磷酸, 然后加入 8 g 磺胺。用水定容, 混匀。该溶液 4°C 下可保存一年。

1.4.5 盐酸 N-(1-萘基)-乙二胺溶液: 称取 0.4 g 盐酸 N-(1-萘基)-乙二胺溶于 100 mL 水中。4°C 下保存, 当溶液颜色变深时应停止使用。

1.4.6 显色剂: 分别量取 20 mL 磺胺溶液 (1.4.4)、20 mL 盐酸 N-(1-萘基)-乙二胺溶液 (1.4.5), 20 mL 浓磷酸于 100 mL 棕色容量瓶中, 混匀。5°C 保存, 颜色变黑时停止使用。

1.4.7 氯化钾溶液: 称取 74.55 g 氯化钾, 用适量水溶解, 移入 1000 mL 容量瓶, 用水定容, 混匀。

1.5 标准样品测定

1.5.1 分别量取 0、1.0、5.0 mL 亚硝酸盐氮标准使用液 II (1.4.3) 和 1.0、3.0、6.0 mL 亚硝酸盐氮标准使用液 I (1.4.2) 于 100 mL 容量瓶, 定容, 混匀, 制备标准系列, 亚硝酸盐氮含量分别为 0、10、50、100、300、600 μg 。

1.5.2 分别量取 1.0 mL 上述标准系列于 25 mL 容量瓶中，定容，混匀。再分别加入 0.25 mL 显色剂（1.4.6），静置 60 min，在室温下显色。于 543 nm 波长处，以零点为参比，测量吸光度值。测得的吸光度值为纵坐标，亚硝酸盐氮含量为横坐标，绘制校准曲线。

1.6 土壤测定

1.6.1 试料制备：将采集后的土壤样品去除杂物，手工混匀，过样品筛。过筛后样品分成两份，一份用于测定干物质含量（参考 HJ 613-2011），另一份用于测定待测组分含量。

1.6.2 试样制备：称取 40.0 g 试料，放入 500 mL 聚乙烯瓶中，加入 200 mL 氯化钾溶液，在 20℃ 振荡器中振荡提取 1 h。转移约 60 mL 提取液于 100 mL 聚乙烯离心管中，在 5000 r/min 的条件下离心分离 10 min。然后将约 50 mL 上清过滤后液转移至瓶中。

1.6.3 测定：量取 10 mL 试样（1.6.2）到 100 mL 容量瓶中，按照标准样品（1.5）比色步骤测定吸光度值。同时做空白实验及加标实验，方法同 1.6。

结果与讨论

2.1 标准样品测定结果

表 1 亚硝酸盐氮标准曲线系列

序号	亚硝酸盐氮浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	吸光度值 (Abs)
1	0.000	0.00002
2	0.004	0.00789
3	0.020	0.03402
4	0.040	0.07190
5	0.120	0.21071
6	0.240	0.41119

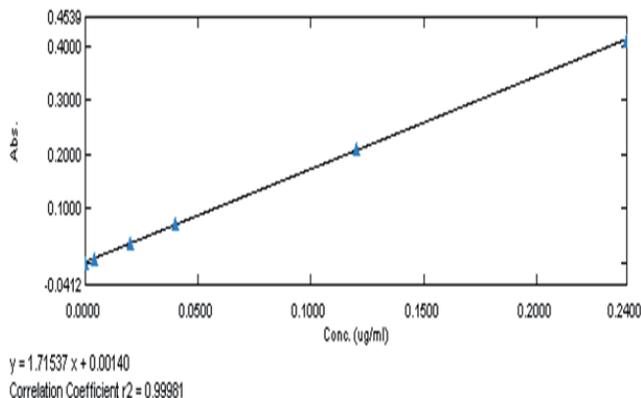


图 1 亚硝酸盐氮的标准曲线

2.2 样品测定结果

根据 HJ 634-2012 和 HJ 613-2011 进行计算，土壤中亚硝酸盐氮含量为 0.817 mg/kg。

2.3 回收率测定

在空白中分别加入 0.004 mg/L 和 0.04 mg/L 的标准溶液，进行加标回收率计算，测定结果分别为 0.002841 mg/L 和 0.03616 mg/L，计算得到加标回收率在 70.3%~90.4% 之间。

2.3 精密度测定

取样品重复测试 11 次，计算得到其 RSD 为 0.266%。

结论

本文参考 HJ 634-2012《土壤 亚硝酸盐氮的测定分光光度法》对土壤中亚硝酸盐氮进行测试，实验结果表明，该方法线性关系良好， $r^2=0.99981$ ，相对标准偏差 RSD=0.266%，回收率在 70.3%~90.4% 之间，测得土壤中亚硝酸盐氮含量为 0.817 mg/kg。