

紫外可见分光光度计测试土壤中氨氮含量

UV-036

摘要：本文参考 HJ 634-2012《土壤 氨氮的测定 分光光度法》对环境土壤样品中的氨氮含量进行了测试，实验结果表明，该方法线性相关良好， $r^2=0.99760$ ，RSD 为 0.325%，回收率在 90.1~101.5 % 之间，测得该环境土壤中的氨氮含量为 16.1 mg/kg。

关键词：紫外可见分光光度计 环境 土壤 氨氮

氨氮 ($\text{NH}_3\text{-N}$) 以游离氨 (NH_3) 或铵盐 (NH_4^+) 形式存在于水中，主要来源为生活污水中含氮有机物受微生物作用的分解产物，某些工业废水如焦化废水和合成氨化肥厂废水等。近年来我国已经成为世界上施用化肥最多的国家，这些氮肥在土壤中积累并淋失致使土壤中氨氮污染日趋严重。有文献报道，化肥污染主要有三个方面，一是化肥中的氮元素等进入大气后，增加了“温室气体”，导致温度升高；二是残留在土壤中的化肥被暴雨冲刷后汇入水体，加剧了水体的“富营养化”，导致水草繁生，许多水塘、水库、湖泊因此变臭，成为“死水”；三是一旦土壤中某种营养元素过多，还会造成土壤对其他元素的吸收性能下降，从而破坏了土壤的内在平衡。氨氮是土壤中一项主要污染因子，用化工污水对农田进行灌溉，会导致农作物受到严重危害。但在实践中，当发现农作物已经受到危害时，却发现土壤中氨氮含量却很低。因此，对土壤中硝酸盐氮、亚硝酸盐氮、氨氮进行监测能够掌握其污染状况。

本文参考 HJ 634-2012《土壤 氨氮的测定 分光光度法》对土壤中氨氮进行测试。

实验部分

1.1 原理

方法的原理：氯化钾溶液提取土壤中的氨氮，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蓝色靛酚染料，在波长 630 nm 下具有最大吸收。在一定浓度范围内，氨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

氯化铵（分析纯）

二水柠檬酸钠（分析纯）

二氯异氰尿酸钠（分析纯）

氢氧化钠（分析纯）

苯酚（分析纯）

浓硫酸： $\rho=1.84$ g/mL（分析纯）

氯化钾（分析纯）

纯水

1.4 试剂配制

- 1.4.1 氯化铵标准贮备液（200 mg/L）：称取 0.764 g 氯化铵，用适量水溶解，加入 0.3 mL 浓硫酸，冷却后，转移至 1000 mL 容量瓶中，定容，摇匀。该溶液在避光、4℃下可以保存一个月。
 - 1.4.2 氯化铵标准使用液（10 mg/L）：吸取 5 mL 氯化铵标准贮备液（1.4.1）置于 100 mL 容量瓶内，定容，摇匀。用时现配。
 - 1.4.3 苯酚溶液：称取 7 g 苯酚溶于 100 mL 水中。该溶液贮存于棕色玻璃瓶中，在室温条件下可以保存一年。
 - 1.4.4 二水硝普酸钠：称取 0.08 g 二水硝普酸钠溶于 100 mL 水中。该溶液贮存于棕色玻璃瓶中，在室温条件下可以保存三个月。
 - 1.4.5 缓冲溶液：称取 28 g 二水柠檬酸钠及 2.2 g 氢氧化钠，溶于 50 mL 水中，移入 100 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。
 - 1.4.6 硝普酸钠 - 苯酚显色剂：量取 15 mL 二水硝普酸钠溶液及 15 mL 苯酚溶液和 750 mL 水中混匀。该溶液临用时现配。
 - 1.4.7 二氯异氰尿酸钠显色剂：称取 0.5 g 二氯异氰尿酸钠溶于 100 mL 缓冲溶液（1.4.5）中，4℃下可以保存一个月。
 - 1.4.8 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、0.10、0.20、0.50、1.00、2.00、3.50 mL 氯化铵标准使用液于 100 mL 容量瓶，定容，

混匀，制备标准系列，氨氮含量分别为 0、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、35.0 μg。

1.5.2 向标准系列中加入 40 mL 硝普酸钠-苯酚显色剂，充分混合，静置 15 min。然后加入 1.00 mL 二氯异氰尿酸钠显色剂，充分混合，在 15~35℃条件下至少静置 5 h。于 630 nm 波长处，以空白为参比，测量吸光度值。测得的吸光度值为纵坐标，氨氮含量为横坐标，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《土壤 干物质和水分的测定 重量法》），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 3000 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。

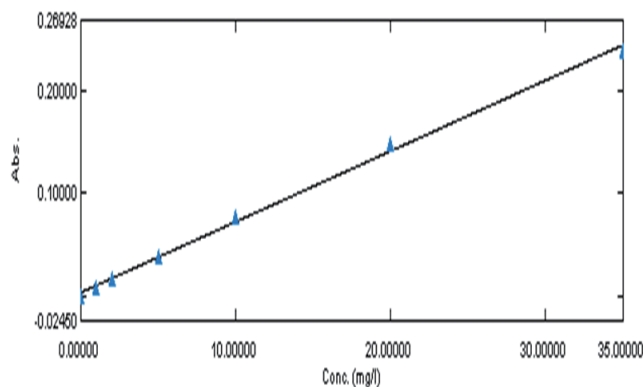
1.6.3 测定：量取 10 mL 试样(1.6.2)到 100 mL 容量瓶中，按照标准样品(1.5)比色步骤测定吸光度值。同时做空白实验及加标实验，方法同 1.6。

结果与讨论

2.1 标准样品测定结果

表1 氯化铵标准系列

序号	氨氮浓度 (mg/L)	净吸光度值 (Abs)
1	0.00	-0.00001
2	0.01	0.00804
3	0.02	0.01601
4	0.05	0.03804
5	0.10	0.07640
6	0.20	0.14873
7	0.35	0.23978



$y = 0.00691x + 0.00323$
Correlation Coefficient $r^2 = 0.99760$

图1 氯化铵标准曲线

2.2 样品测定结果

根据 HJ 634-2012《土壤 氨氮的测定 分光光度法》和 HJ 613-2011《土壤 干物质和水分的测定 重量法》进行计算，该土壤中氨氮含量为 16.1 mg/kg。

2.3 回收率测定

在样品中分别加入 0.1 mg/L 和 0.2 mg/L 的标准溶液，进行加标回收率实验测定，测定结果如下表：

表2 样品回收率实验结果

样品名称	加标量 (mg/L)	测定值 (mg/L)	回收率 (%)
1#空白	0.10	0.1015	101.5
2#空白	0.20	0.1802	90.1

2.3 精密度测定

对样品重复测试 11 次，计算得到其 RSD 为 0.325%。

结论

本文参考 HJ 634-2012《土壤 氨氮的测定 分光光度法》对环境土壤样品中的氨氮含量进行了测试，实验结果表明，该方法线性相关良好， $r^2=0.99760$ ，RSD 为 0.325%，回收率在 90.1~101.5 % 之间，测得该土壤中的氨氮含量为 16.1 mg/kg。