

吴昊, 朱红霞, 袁懋, 等. 气相分子吸收光谱法测定土壤中铵态氮和硝态氮的含量[J]. 岩矿测试, 2021, 40(1): 165 – 171.
WU Hao, ZHU Hong – xia, YUAN Mao, et al. Determination of Ammonium Nitrogen and Nitrate Nitrogen in Soil by Gas Phase Molecular Absorption Spectrometry[J]. Rock and Mineral Analysis, 2021, 40(1): 165 – 171.
【DOI: 10.15898/j.cnki.11 – 2131/td.202003100029】

气相分子吸收光谱法测定土壤中铵态氮和硝态氮的含量

吴昊¹, 朱红霞², 袁懋², 许人骥², 薛荔栋^{2*}

(1. 湖北省生态环境监测中心站, 湖北 武汉 430074;
2. 中国环境监测总站, 北京 100012)

摘要: 通过测定土壤中铵态氮和硝态氮的含量, 能够为农业领域土壤精准施肥和土壤的环境保护提供重要参考。目前基于分光光度法的土壤中铵态氮和硝态氮的分析方法容易受到提取试液颜色、浑浊度、其他共存离子等干扰不能直接测定, 必须进行脱色等前处理操作, 费时耗力。因此, 本文建立了一次性同时浸提, 不经脱色处理, 采用气相分子吸收光谱法测定农田土壤中铵态氮和硝态氮含量的方法。利用该方法测定农田土壤中铵态氮和硝态氮, 避免了繁琐的显色反应过程, 一个批次样品(50 个)的分析流程仅需 5h。在 0.10 ~ 2.00mg/L(铵态氮)和 0.20 ~ 4.00mg/L(硝态氮)浓度范围内, 工作曲线线性良好; 方法检出限分别为 0.013mg/kg 及 0.002mg/kg; 相对标准偏差(RSD) < 1%; 加标回收率为 96.3% ~ 100.7%。较之基于传统分光光度法的国家标准方法, 本方法在检出限、精密度和回收率等指标方面均有显著改善, 能够满足农田土壤中铵态氮和硝态氮的批量精准分析需求。

关键词: 土壤; 铵态氮; 硝态氮; 同时浸提; 气相分子吸收光谱法

要点:

- (1) 采用氯化钾溶液一次性同时浸提土壤中铵态氮和硝态氮, 气相分子吸收光谱法测定两种氮素含量。
- (2) 该方法应用于土壤中硝态氮和铵态氮的测定, 较之基于分光光度法的现行标准方法, 检出限、精密度和准确度均有显著改善。
- (3) 使用该方法, 一个批次样品(50 个)的分析流程仅需要 5h。

中图分类号: S151.93; O657.31 文献标识码: B

氮素是植物生长所需最多的元素之一, 氮素的含量高低是衡量土壤肥力的重要依据。土壤有效态氮, 包括铵态氮、硝态氮、氨基酸、酰胺等, 是反映土壤近期内氮素供应情况的重要指标, 是土壤的养分指标, 也是重要的环境评价指标, 用于评价面源污染风险^[1]。铵态氮和硝态氮作为土壤中氮素存在的两种重要形态, 其含量是衡量土壤大量元素氮的重要参考指标。同时, 由于我国农业生产中氮肥使用存在过量问题, 大量的铵态氮和硝态氮流入地表水和地下水中, 导致水体富营养化等问题。近年来, 土

壤中氨氮和硝态氮污染严重, 并且污染着周边的水质^[2-5]。因此, 建立快速的土壤铵态氮和硝态氮的分析测定方法, 既有利于农业领域土壤精准施肥, 也有利于生态环境保护工作的开展。

迄今, 国内外制定了土壤硝态氮、铵态氮测定的多个方法^[6-11], 这些方法对土壤样品浸提过程以及浸提液中硝态氮和铵态氮的测定方法和步骤作出了明确的规定。现行的土壤中铵态氮和硝态氮的标准分析方法主要是基于分光光度法的《土壤 氨氮、亚硝酸盐氮、硝酸盐氮的测定 氯化钾溶液提取——分

收稿日期: 2020 – 03 – 10; 修回日期: 2020 – 04 – 16; 接受日期: 2020 – 11 – 20
基金项目: 中国工程院咨询研究项目“土壤污染风险识别及应对策略咨询研究”(2020 – XY – 21)
作者简介: 吴昊, 硕士, 工程师, 主要从事环境监测分析研究。E – mail: 979648817@ qq. com。
通讯作者: 薛荔栋, 硕士, 高级工程师, 主要从事环境监测分析方法研究。E – mail: xueld@ cnemc. cn。

光光度法》(HJ 634—2012)和《土壤硝态氮的测定紫外分光光度法》(GB/T 32737—2016)。分光光度法已成为目前应用最广的土壤中硝态氮、铵态氮测定手段^[6-12]。但该技术最终试液测定时易受颜色、浑浊度和其他离子等干扰,必须进行脱色等前处理操作而不能直接测定。此外,该方法测试步骤需要手工操作,效率较低。杨靖民等^[13]在此基础上发展了基于流动注射-分光光度法的土壤硝态氮测定方法,分析效率有所改善,但仍然需要复杂的前处理步骤。而且,土壤样品前处理过程中,土壤中氮的形态含量也会发生变化,严重影响着实验室测定的硝态氮和铵态氮含量与采样时含量的一致性^[14]。此外,目前已有基于电化学测试手段测定土壤硝态氮的报道^[15-17],但该技术干扰较为严重,需要繁琐的电极处理,仪器维护困难。因此,亟需发展前处理更为简单、仪器维护成本低且更为高效的土壤中硝态氮、铵态氮的分析手段。

气相分子吸收光谱法是一种准确性高、线性范围宽且不受样品颜色和浊度干扰的含氮、含硫化合物的实用分析手段。该方法分析过程不需化学分离,所用化学试剂少,且不使用有毒试剂。当前,该方法已广泛应用于水质亚硝酸盐氮、氨氮、硝酸盐氮、总氮、硫化物等物质的分析测定^[18-24]。将气相分子吸收光谱法应用于土壤氮素分析,较之传统的分光光度法可以显著改善分析效率,且绿色环保。吕保玉等^[25]将气相分子吸收光谱法应用于土壤中氨氮的分析,并与苯酚显色法进行了对比,证明了该方法的可行性;暴玮等^[26]就气相分子吸收光谱法土壤氨氮分析操作步骤的繁琐程度和分析性能与分光光度法进行了对比,研究结果体现了气相分子吸收光谱法的高效、准确等优势。但上述已报道的气相分子吸收光谱法均是对单一形态氮进行提取和测定,未实现对土壤不同形态氮成分的同时提取、分析,多种形态氮指标分析效率相对偏低,且上述方法未对分析过程中载气等条件参数进行探讨,这在一定程度上制约了该方法的分析性能。本文以氯化钾溶液作为提取液,一次性同时浸提土壤中的铵态氮和硝态氮两种氮成分,不经脱色处理,直接采用气相分子吸收光谱法测定,建立了一种土壤中铵态氮和硝态氮的可行性分析方法。

1 实验部分

1.1 仪器和主要试剂

AJ-3700 气相分子吸收光谱仪(上海安杰环保

科技股份有限公司)。仪器工作条件为:灯电流 300mA,气源压力 0.2MPa,光电倍增管(PMT)负高压 260V,测量方式为峰高。

ME104 型电子天平(瑞士梅特勒公司,精确到万分之一)。

氯化钾、盐酸、无水乙醇、三氯化钛、溴化钾等:均为分析纯。

氨氮标准溶液(GBS 04-2832—2011, $1000 \pm 0.7\text{mg/L}$),硝酸盐氮标准溶液[GBS 04-2837—2011(a), $1000 \pm 0.7\text{mg/L}$],环境保护部标准样品研究所,在 4℃ 下密封保存。

1.2 实验样品

新鲜土壤样品:土壤样品的采集和制备按照《土壤环境监测技术规范》(HJ/T 166—2004)的要求进行。于 2019 年 8 月分别选取内蒙古自治区阿拉善盟巴彥浩特镇西城区耕地两块,采集耕地土层 20cm 的土样,两块耕地分别用梅花点法进行采样,取样后将土样进行混合。随后将混合土样放置于风干盘中,摊成 2~3cm 的薄层,适时压碎、翻动,拣出碎石、砂砾、植物的残渣等^[27-28]。利用四分法将土样分成两份,并过 2mm 筛。

制备的样品编号分别为 BYHT-1、BYHT-2,待用。

1.3 实验方法

准确称取 20.0g 土壤样品于 250mL 聚乙烯瓶中,加入 100mL 氯化钾溶液(1mol/L),室温下置于振荡器中振荡 1h,移取上清液于 50mL 样品管中,在仪器最佳工作条件下上机测试,空白浸提液平行测定。

2 结果与讨论

2.1 载气与载气流量选择

选取相同稀释浓度的标准使用液,分别选择相同流速的空气、氮气作为载气,测试铵态氮及硝态氮的吸收值,结果如图 1 所示。两种载气均符合分析实验的要求,但是从便捷性以及经济性方面考虑,本实验采用空气作为载气。

空气流量直接影响反应生成氮氧化物的传输效率,本方法仪器在反应模块和气液分离装置及吸光池结构方面的设计均能有效降低载气的消耗量。因此,本方法所需载气流量相对较低。采用相同浓度的标准溶液,在 0.10~0.13L/min 载气流量范围内,考察空气流量对铵态氮及硝态氮测定的影响。在 213.9nm 和 214.4nm 测试波长下,对 1mg/L 铵态氮

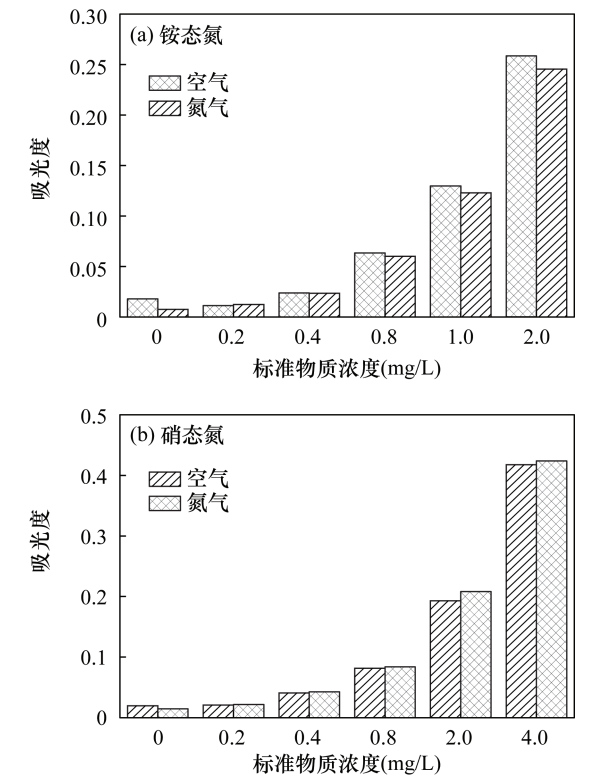


图 1 (a) 空气和氮气作为载气对铵态氮测定的影响;
(b) 空气和氮气作为载气对硝态氮测定的影响

Fig. 1 (a) Effect on ammonium nitrogen tests using air and nitrogen as carrier gas; (b) Effect on nitrate nitrogen tests using air and nitrogen as carrier gas

及硝态氮标准溶液进行 3 次平行测试,结果如图 2 所示。在所选载气流量范围内,铵态氮及硝态氮分析灵敏度随载气流量变大而降低。同时,实验过程发现,空气流量过低时,铵态氮及硝态氮测试峰形平台太短,不易掌握读数时间。因此,综合考虑,选择载气流速为 0.12 L/min,这也与刘盼西等^[29]报道的采用同型号仪器应用于硫化物测定的最佳流量一致。

2.2 铵态氮和硝态氮吸收谱图与线性范围

仪器电机波长校正后,选择 213.9nm 和 214.4nm 作为吸收波长。将 1mg/L 铵态氮及 2mg/L 硝态氮标准溶液分别进入反应模块,在盐酸载液条件下充分反应,产生一氧化氮和二氧化氮气体,气体进入吸光管产生吸收,以峰高计,采集吸光度值,采集谱图如图 3 所示。

分别配制浓度为 0.00、0.10、0.20、0.50、1.00、2.00mg/L 氨氮标准系列溶液及 0.00、0.20、0.40、0.80、2.00、4.00mg/L 硝酸盐氮标准系列溶液。以吸光度为纵坐标,标准溶液浓度为横坐标,拟合得到

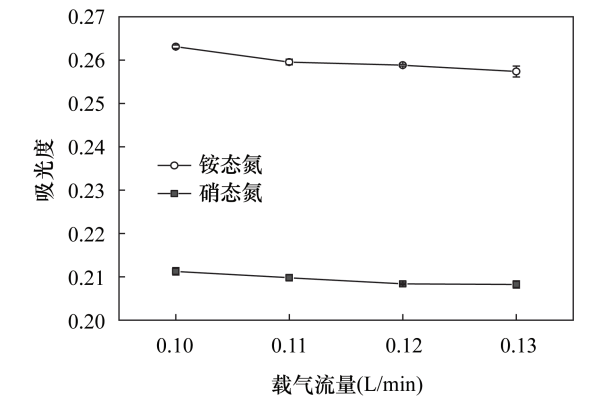


图 2 空气流量对铵态氮及硝态氮测定灵敏度的影响

Fig. 2 Effect of carrier gas velocity on sensitivity for ammonium nitrogen and nitrate nitrogen determination

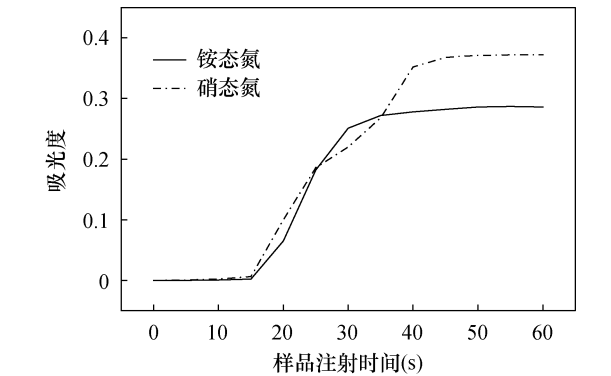


图 3 铵态氮及硝态氮标准溶液基于气相分子吸收光谱法在 213.9nm 及 214.7nm 吸收波长下采集的谱图

Fig. 3 Spectrograms acquired from ammonium nitrogen and nitrate nitrogen standard solution at 213.9nm and 214.7nm based on gas phase molecular absorption spectrometry

铵态氮及硝态氮的标准曲线。线性回归方程分别为 $y = 0.1107x - 0.0007$ 及 $y = 0.0919x - 0.0013$,标准曲线的线性相关系数皆为 $R^2 = 0.9998$,线性系数完全满足一般实验室对于分析的要求。

2.3 分析方法评价

2.3.1 方法检出限

重复测定空白样品 7 次,以 99% 置信度区别于空白样品而被测定出来的最低浓度作为检出限,计算公式如下:

检出限 = $s \times t$ ($n - 1, 1 - \alpha = 0.99$)

式中: s 为 n 次加标测定浓度的标准偏差; t 为自由度为 $n - 1$ 时的 t 值(查表获得); n 为重复测定的加标样品数; $1 - \alpha$ 为置信水平。连续分析 7 个样品时,通过查表可得,在 99% 置信区间内, $t(6, 0.99) = 3.143$ 。

测定结果如表 1 所示,计算出本方法对铵态氮的检出限为 0.013mg/kg,对硝态氮的检出限为 0.002mg/kg。较之基于分光光度法的国家标准方法 HJ 634—2012 中土壤铵态氮的检出限(0.10 mg/kg)和硝态氮的检出限(0.15mg/kg),本方法的检出限有了显著改善。一方面,这取决于高效的气相分子发生效率以及实验所用气相分子吸收光谱仪特有的高灵敏度分析性能;另一方面,这是由于本方法因试剂消耗量的减少有效降低了空白值,并因自动化法代替了手工法,有效减少了人为操作误差。

表 1 铵态氮和硝态氮空白样品测定结果

Table 1 Analytical results of ammonium nitrogen and nitrate nitrogen in blank samples

测定次数 (n=7)	铵态氮空白样品		硝态氮空白样品	
	吸光度	铵态氮测定值 (mg/kg)	吸光度	硝态氮测定值 (mg/kg)
1	0.0042	0.066	0.0046	0.070
2	0.0047	0.072	0.0047	0.071
3	0.0041	0.065	0.0047	0.071
4	0.0042	0.066	0.0045	0.069
5	0.0050	0.075	0.0046	0.070
6	0.0045	0.069	0.0047	0.071
7	0.0050	0.075	0.0047	0.071

2.3.2 方法精密度

采用气相分子吸收光谱法对 BYHT-1、BYHT-2 土壤样品中铵态氮及硝态氮含量进行 7 次测定,结果如表 2 所示。气相分子吸收光谱法测定铵态氮和硝态氮的相对标准偏差(RSD)在 0.06%~0.37% 之间,较之基于分光光度法的现行标准,本方法精密度有显著改善。这主要是由于本方法无需繁琐的显色步骤,降低了样品处理的人为误差,且所用试剂少,因此试剂引入的干扰较小;同时,本方法受样品颜色和洁净度影响较小。

表 2 土壤样品中铵态氮和硝态氮精密度测试结果

Table 2 Precision tests of the method for ammonium nitrogen and nitrate nitrogen in soil samples

检测项目	样品编号	7 次平行测定值 (mg/kg)							平均值 (mg/kg)	RSD (%)
铵态氮	BYHT-1	0.881	0.881	0.876	0.881	0.886	0.881	0.882	0.881	0.32
	BYHT-2	1.41	1.39	1.39	1.40	1.40	1.41	1.40	1.40	0.60
硝态氮	BYHT-1	4.43	4.44	4.43	4.43	4.43	4.44	4.44	4.43	0.06
	BYHT-2	4.06	4.07	4.08	4.06	4.08	4.09	4.05	4.07	0.37

2.3.3 方法加标回收率

根据上述样品铵态氮含量测试结果,分别加入适量 GSB 04-2832—2011 和 GSB 04-2837—2011(a) 标准储备液,进行回收率测试,结果如表 3 所示,本方法检测农田土壤中铵态氮及硝态氮加标回收率为 96.3%~99.9% 及 98.5%~100.7%。较之基于分光光度法的 HJ 634—2012 中土壤中铵态氮的回收率(80.9%~105%)和硝态氮的回收率(81%~114%)数据,本方法准确度更高。这是由于本方法实现了反应生成的氮氧化物气相分子与基体的分离;同时,实验试剂消耗量降低,因此降低了基体干扰。相关结果表明,本方法适用于农田土壤中铵态氮和硝态氮的检测分析。

表 3 土壤中铵态氮和硝态氮测定加标回收实验结果

Table 3 Spiked recovery tests of the method for ammonium nitrogen and nitrate nitrogen in soil samples

检测项目	样品编号	本底值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	7 次检测平均值 (mg/kg)	回收量 (mg/kg)	回收率 (%)
铵态氮	BYHT-1	0.88	1.00	1.863±0.033	0.983	98.3
			2.00	2.864±0.112	1.984	99.2
	BYHT-2	1.40	2.00	3.325±0.105	1.925	96.3
			4.00	5.397±0.230	3.997	99.9
硝态氮	BYHT-1	4.43	5.00	9.35±0.13	4.92	98.5
			10.00	14.515±0.3210	10.07	100.7
	BYHT-2	4.07	5.00	8.99±0.228	4.92	98.5
			10.00	14.12±0.312	10.05	100.5

3 结论

土壤中硝态氮和铵态氮含量变化的程度取决于土壤类型、肥力等。经过土壤采样、运输、保存及前处理等过程后,分析测试时很难获得能反映采样时土壤硝态氮和铵态氮的含量数据。传统的分光光度法分析效率低,分析流程长且操作过程干扰严重等特点,大大降低了土壤中硝态氮和铵态氮分析的效率和测定结果的准确性。本文建立了一次性同时浸提土壤中的铵态氮和硝态氮两种氮成分,不经脱色处理,用气相分子吸收光谱法测定土壤中铵态氮和硝态氮两种氮素含量的方法。本方法的线性范围宽,且不需复杂的前处理以及有毒试剂,配合全自动的气相分子吸收光谱仪测定,操作简单高效,一个批次样品(50 个)的分析流程仅需要 5h。

本工作作为土壤中铵态氮和硝态氮的测定提供了一种高效、可靠的测试手段,也为气相分子吸收光谱法在土壤领域的应用拓展提供了参考依据。但是由于土壤中氮素转化的复杂性,在实际操作过程中应减少土壤前处理对土壤硝态氮和铵态氮测定的影响。

4 参考文献

- [1] 鲁珊,毛彩云,肖荷霞,等.土壤中氮检测技术研究进展[J].安徽农业科学,2014(18):5789,5815.
Lu S, Mao C Y, Xiao H X, et al. Research advance in the determination of nitrogen in soil [J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2014, 42(18): 5789, 5815.
- [2] 谢雨呈.典型肥料生产场地氨氮污染特征及风险控制目标确定[D].长沙:湖南师范大学,2019.
Xie Y C. Characteristics of ammonia – nitrogen pollution and determination of risk control targets in an abandoned fertilizer production site [D]. Changsha: Hunan Normal University, 2019.
- [3] 金容,李兰,郭萍,等.控释氮肥比例对土壤氮含量和玉米氮素吸收利用的影响[J].水土保持学报,2018, 32(6):214 – 221.
Jin R, Li L, Guo P, et al. Effects of the mixed ratios of controlled – release nitrogen fertilizer on soil nitrogen content and its uptake and utilization of maize [J]. Journal of Soil and Water Conservation, 2018, 32(6): 214 – 221.
- [4] 陈宏,刘翔,卢欣,等.某化工污染场地土壤与地下水污染特征分析[J].油气田环境保护,2017,27(1):21 – 24,60 – 61.
Chen H, Lu X, Lu X, et al. Analysis of pollution characteristics of the soil and groundwater at a typical chemical pollution site [J]. Environmental Protection of Oil & Gas Fields, 2017, 27(1): 21 – 24, 60 – 61.
- [5] Huang J, Duan Y H, Xu M G, et al. Nitrogen mobility, ammonia volatilization, and estimated leaching loss from long – term manure incorporation in red soil [J]. Journal of Integrative Agriculture, 2017, 16(9): 2082 – 2092.
- [6] 涂成,黄威,陈安磊,等.测定土壤硝态氮的紫外分光光度法和镉柱还原法比较[J].土壤,2016,48(1):147 – 151.
Tu C, Huang W, Chen A L, et al. Comparison between ultraviolet spectrophotometry and cadmium reduction method in determination of soil nitrate – N [J]. Soils, 2016, 48(1): 147 – 151.
- [7] 苗杰,李斐,张加康,等.紫外分光光度法测定土壤硝态氮校正因数的优化[J].华北农学报,2019,34(增刊1):204 – 212.
Miao J, Li F, Zhang J K, et al. Optimization of correction factor of soil nitrate nitrogen by ultraviolet spectro – photometry [J]. Acta Agriculturae Boreali – Sinica, 2019, 34(Supplement 1): 204 – 212.
- [8] 宋歌,孙波,教剑英.测定土壤硝态氮的紫外分光光度法与其他方法的比较[J].土壤学报,2007,44(2):288 – 293.
Song G, Sun B, Jiao J Y. Comparison between ultraviolet spectrophotometry and other methods in determination of soil nitrate – N [J]. Acta Pedologica Sinica, 2007, 44(2): 288 – 293.
- [9] 陕红,张庆忠,张晓娟,等.保存、分析方法等因素对土壤中硝态氮测定的影响[J].分析测试学报,2013,32(12):1466 – 1471.
Shan H, Zhang Q Z, Zhang X J, et al. Effects of preservation, analysis method on determination of nitrate in soils [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2013, 32(12): 1466 – 1471.
- [10] 弓晓峰,张静,张振辉,等.纳氏试剂比色法测定土壤铵态氮的研究[J].环境科学与技术,2006,29(1):46 – 45.
Gong X F, Zhang J, Zhang Z H, et al. Measurement of $\text{NH}_3 - \text{N}$ in soil with Nessler's reagent colorimetry [J]. Environmental Science & Technology, 2006, 29(1): 46 – 45.
- [11] 张英利,许安民,尚浩博,等.氯化钾中杂质铵含量及对土壤铵态氮测定的影响[J].土壤通报,2010,41(5):1134 – 1137.
Zhang Y L, Xu A M, Shang H B, et al. Ammonium contents in potassium chloride impurities and its impact on soil $\text{NH}_4^+ - \text{N}$ determination [J]. Chinese Journal of Soil Science, 2010, 41(5): 1134 – 1137.
- [12] 黄玉芳,叶优良,杨素勤.双波长分光光度法测定土壤硝态氮的可行性研究[J].中国农学通报,2009,25(2):43 – 45.
Huang Y F, Ye Y L, Yang S Q. Feasibility of $\text{NO}_3^- - \text{N}$ determination by dual wavelength spectrophotometric method [J]. Chinese Agricultural Science Bulletin, 2009, 25(2): 43 – 45.
- [13] 杨靖民,张忠庆,于晓斌,等.连续流动注射 – 紫外分光光度法快速测定土壤硝酸盐含量[J].吉林农业大学学报,2013,35(5):573 – 576,582.
Yang J M, Zhang Z Q, Yu X B, et al. Rapid determination of soil nitrate content with continuous flow injection – ultraviolet spectrophotometry [J]. Journal of Jilin Agricultural University, 2013, 35(5): 573 – 576, 582.
- [14] 朱靖蓉,马磊,康露,等.降低样品采集制备过程中土壤硝态氮和铵态氮测定误差的方法[J].新疆农业科学,2020,57(3):553 – 561.
Zhu J R, Ma L, Kang L, et al. Review on the method for reducing measurement error of soil nitrate nitrogen and ammonium nitrogen during sample collection and preparation [J]. Xinjiang Agricultural Sciences, 2020, 57(3): 553 – 561.
- [15] 张丽楠,张森,任海燕,等. Superfloc127 用于电极法测

- 定土壤硝态氮含量的可行性分析[J]. 农业工程学报, 2015, 31(1): 196–204.
- Zhang L N, Zhang M, Ren H Y, et al. Feasibility of rapid detection of soil nitrate – nitrogen content using Superfloc127 in ion – selective electrode [J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering, 2015, 31(1): 196–204.
- [16] 杜尚丰, 曹淑姝, 潘奇, 等. 电极法测定土壤硝态氮精度的提高方法[J]. 农业机械学报, 2016, 47(1): 118–125.
- Du S F, Cao S S, Pan Q, et al. Improvement of detection accuracy of soil nitrate – nitrogen based on ion selective electrode [J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Machinery, 2016, 47(1): 118–125.
- [17] 孔盼, 张森, 任海燕, 等. 土壤硝态氮电极法测定的快速前处理工艺研究[J]. 农业机械学报, 2015, 46(增刊1): 102–107.
- Kong P, Zhang M, Ren H Y, et al. Rapid pretreatment method for soil nitrate nitrogen detection based on ion selective electrode [J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Machinery, 2015, 46(Supplement 1): 102–107.
- [18] 李福君. 气相分子吸收光谱法应用于废水中的氨氮测定[J]. 当代化工研究, 2018(12): 111–112.
- Li F J. Determination of ammonia nitrogen in wastewater by gas – phase molecular absorption spectrometry [J]. Modern Chemical Research, 2018(12): 111–112.
- [19] 李长宏, 孙婧妍. 气相分子光谱法测定水中硝酸盐氮的研究[J]. 地下水, 2018, 40(4): 107–108.
- Li C H, Sun J Y. Determination of nitrate nitrogen in water by gas phase molecular spectroscopy [J]. Underground Water, 2018, 40(4): 107–108.
- [20] 朱晓丹, 王伟, 廖爱仙, 等. 气相分子吸收光谱法测定地表水中氨氮的研究[J]. 环境与发展, 2018, 30(6): 232–233.
- Zhu X D, Wang W, Liao A X, et al. Determination of ammonia nitrogen in surface water by using gas – phase molecular absorption spectrometry [J]. Environment and Development, 2018, 30(6): 232–233.
- [21] 陈海莹, 欧嘉辉, 陈飒, 等. 气相分子吸收光谱法测定污水中硫化物的方法应用[J]. 广东化工, 2018, 45(8): 230–231.
- Chen H Y, Ou J H, Chen S, et al. Determination of sulfide in waste water by gas phase molecular absorption spectrometry [J]. Guangdong Chemical Industry, 2018, 45(8): 230–231.
- [22] 齐文启, 臧平安, 郝俊, 等. 气相分子吸收光谱仪光源优化方案探讨[J]. 现代科学仪器, 2016(6): 53–55.
- Qi W Q, Zang P A, Hao J, et al. Discussion of optimal light – source scheme of GPMAS [J]. Modern Scientific Instrument, 2016(6): 53–55.
- [23] 代阿芳, 黄依凡, 范慧, 等. 气相分子吸收光谱法测定地下水中亚硝酸盐氮、氨氮、硝酸盐氮[J]. 化学分析计量, 2020, 29(1): 75–78.
- Dai A F, Huang Y F, Fan H, et al. Determination of NO_2^- , NH_4^+ , NO_3^- – N in groundwater samples by gas – phase molecular absorption spectroscopy [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2020, 29(1): 75–78.
- [24] 常森, 张建中, 张嘉骅, 等. 气相分子吸收光谱法测定水中氨氮和亚硝酸盐氮[J]. 干旱环境监测, 2019, 33(3): 102–106.
- Chang M, Zhang J Z, Zhang J Y, et al. Determination of ammonia and nitrite in water by gas phase molecular absorption spectrometry [J]. Arid Environmental Monitoring, 2019, 33(3): 102–106.
- [25] 吕保玉, 潘艳, 蓝月存, 等. 氯化钾提取 – 气相分子吸收光谱法测定土壤中的氨氮[J]. 化学工程师, 2019, 33(9): 28–30.
- Lv B Y, Pan Y, Lan Y C, et al. Determination of ammonia – nitrogen in soil by using potassium chloride extraction and gas – phase molecular absorption spectrometry [J]. Chemical Engineer, 2019, 33(9): 28–30.
- [26] 暴玮, 黄增, 吕保玉, 等. 气相分子吸收光谱法和分光光度法测定土壤中氨氮的比较[J]. 分析试验室, 2019, 38(12): 1436–1439.
- Bao W, Huang Z, Lü B Y, et al. Comparison of gas – phase molecular absorption spectrometry and spectro – photometry for determination of ammonia nitrogen in soil [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2019, 38(12): 1436–1439.
- [27] 田衍, 杨珺, 孙自杰, 等. 矿区污染场地土壤重金属元素分析标准样品的研制[J]. 岩矿测试, 2017, 36(1): 82–88.
- Tian K, Yang J, Sun Z J, et al. Preparation of soil certified reference materials for heavy metals in contaminated sites [J]. Rock and Mineral Analysis, 2017, 36(1): 82–88.
- [28] Pan L B, Wang Y, Ma J, et al. A review of heavy metal pollution levels and health risk assessment of urban soils in Chinese cities [J]. Environmental Science and Pollution Research International, 2018, 25(2): 1055–1069.
- [29] 刘盼西, 刘丰奎, 刘聪. 气相分子吸收光谱法测定味精中硫化物含量[J]. 分析科学学报, 2020, 36(2): 313–316.
- Liu P X, Liu F K, Liu C. Determination of sulfide in monosodium glutamate by gas – phase molecular absorption spectroscopy [J]. Journal of Analytical Science, 2020, 36(2): 313–316.

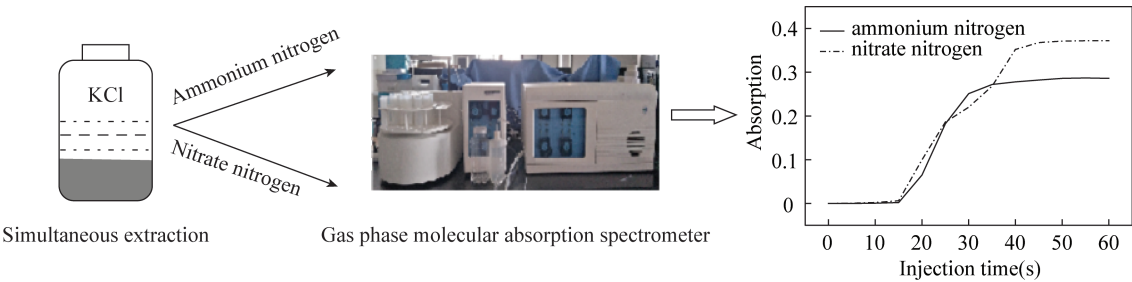
Determination of Ammonium Nitrogen and Nitrate Nitrogen in Soil by Gas Phase Molecular Absorption Spectrometry

WU Hao¹, ZHU Hong-xia², YUAN Mao², XU Ren-ji², XUE Li-dong^{2*}

(1. Environmental Monitoring Center of Hubei Province, Wuhan 430074, China;
2. China National Environmental Monitoring Centre, Beijing 100012, China)

HIGHLIGHTS

- (1) Ammonium nitrogen and nitrate nitrogen in soil were determined by gas phase molecular absorption spectrometry after simultaneous extraction with KCl solution.
- (2) Compared with the standard methods based on the spectrophotometry method, the limit of determination, and the precision and accuracy were improved significantly.
- (3) Only 5 hours was needed for the analysis of 50 samples.



ABSTRACT

BACKGROUND: Determination of ammonium nitrogen and nitrate nitrogen in soil makes great sense for indication of the nutrient status and environment evaluation of soil. The standard methods based on spectrophotometry are susceptible to interference from the color of the extraction test solution, turbidity, and other coexisting ions. Moreover, those methods are time-consuming due to the demand of decoloration.

OBJECTIVES: To establish a convenient and high sensitivity method for the determination of ammonium nitrogen and nitrate nitrogen in soil, based on simultaneous extraction.

METHODS: Ammonium nitrogen and nitrate nitrogen in soil were simultaneously extracted with KCl solution without decoloration, and determined by gas phase molecular absorption spectrometry.

RESULTS: 50 samples were determined within 5h due to the avoidance of the color reaction process. The dynamic linear ranges of ammonium nitrogen and nitrate nitrogen were 0.10 – 2.00mg/L and 0.20 – 4.00mg/L, respectively. The detection limits were 0.013mg/kg and 0.002mg/kg, respectively. The recoveries ranged from 96.3% to 100.7%, and the relative standard deviation was below 1%.

CONCLUSIONS: Compared with the national standard method based on traditional spectrophotometry, this method has significantly improved the detection limit, precision and recovery. The method can be widely used in the field of detection of ammonium nitrogen and nitrate nitrogen in farmland soil.

KEY WORDS: soil; ammonium nitrogen; nitrate nitrogen; simultaneous extraction; gas phase molecular absorption spectrometry