

气相分子吸收光谱法 测定大量元素水溶肥中的总氮含量

刘丰奎¹ 李云华¹ 刘聪^{2*}

(1. 上海安杰环保科技股份有限公司, 上海 201906; 2. 北京市理化分析测试中心, 北京 100089)

摘要:通过气相分子吸收光谱法测定大量元素水溶肥中总氮的含量, 并与传统的蒸馏后滴定法进行比较, 结果相近。表明了气相分子吸收光谱法完全可以满足分析要求, 并且该方法通过全自动气相分子吸收光谱仪操作更简单、步骤少。

关键词:气相分子吸收光谱法 大量元素水溶肥 总氮

DOI:10.3969/j.issn.1001-232x.2018.05.007

Determination of total nitrogen in macronutrient water soluble fertilizers by gas phase molecular absorption spectrometry. Liu Fengkui¹, Li Yunhua¹, Liu Cong^{2*} (1. Shanghai AnJie Environmental Protection Science & Technology Co., Ltd., Shanghai 201906, China; 2. Beijing Centre for Physical and Chemical Analysis, Beijing 100089, China)

Abstract: The content of total nitrogen in macronutrient water soluble fertilizer was determined by gas-phase molecular absorption spectrometry. This method was compared with the traditional titrimetric method after distillation, and the results were similar. It was shown that the gas phase molecular absorption spectrometry method could fully meet the requirements of the analysis, which was more simple and with fewer steps.

Key words: Gas-phase molecular absorption spectrometry; Macronutrient water soluble fertilizer; Total nitrogen

1 引言

我国是大量元素水溶肥的生产和消费大国, 正确施用合格的水溶肥, 对我国粮食作物的增产增收起到极大的促进作用; 而且随着近年来国家对农村产业结构的调整, 水溶肥的需求量也在持续增长, 因此对水溶肥中各项指标进行快速、准确的测定是非常很重要的。

氮是大量元素水溶肥中最常见的营养元素, 是组成作物中蛋白质、叶绿素、酶、核酸和维生素的主要成分。氮主要以铵态氮和硝态氮的形态被植物吸收, 植物也可直接吸收有机氮如尿素、氨基酸、酰胺酸^[1]。目前水溶肥中总氮的测定参照标准主要为《NY/T 1977—2010 水溶肥料总氮、磷、钾含量的测

定》^[2], 采用的测定方法主要为蒸馏后滴定法。滴定法繁琐耗时且多为人工操作, 人为操作误差较大。上述方法缺陷成为肥料中总氮快速、准确的测定的限制性因素。

气相分子吸收光谱法是 20 世纪 70 年代兴起的一种简便、快速的分析手段。它具有测定结果准确可靠、测定成分浓度范围宽、抗干扰性能强、不受样品颜色和混浊物的影响, 不需要进行复杂的化学分离; 所用化学试剂少, 不使用有毒特别是易致癌的化学试剂, 是一种不产生二次污染的新颖分析技术。本实验参照气相分子吸收光谱法来测定大量元素水溶肥中的总氮含量。

基金项目: 北京市改革与发展自立课题(2018ZL0101); 北京市市级财政项目(PXM2018_178305_000006; PXM2018_178305_000007)。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

气相分子吸收光谱仪:型号为 AJ-3000 Plus(上海安杰环保科技股份有限公司)。

总氮标准溶液:编号 GSB 04-2837-2011(b),国家有色有色金属及电子材料分析测试中心。

碱性过硫酸钾、三氯化钛:分析纯。

实验用水:无氨水。

大量元素水溶肥:澳大利亚绿色农业国际有限公司。

2.2 方法依据及原理

方法依据:《HJ/T 199-2005 水质 总氮的测定 气相分子吸收光谱法》^[3]。

方法原理:在 120℃~124℃ 碱性介质中,加入过硫酸钾氧化剂,将水样中的含氮化合物氧化成硝酸盐后,在 70±2℃ 温度下,三氯化钛可将硝酸盐氮迅速还原分解,产生的一氧化氮用载气载入气相分子吸收光谱仪的吸光管中,在 214.4 nm 波长处测得的吸光度与总氮浓度符合朗伯-比尔定律。

2.3 实验步骤

标准曲线绘制:配置浓度为 0.20、0.40、0.80、2.00、4.00 总氮标准系列溶液,放置于自动进样器相应的位置上,设置软件后测定。

水溶肥总氮含量的测定(气相分子吸收光谱法):取出大量元素水溶肥 50g,将其迅速研磨至通过 0.50 mm 孔径筛,再精确称取 1.000 g 置于烧杯中搅拌溶解,并定容至 1 L,作为母液,量取母液 10 mL,将稀释 100 倍后的溶液放置于自动进样器的相应位置上,设置软件后测定,7 次平行实验。

蒸馏后滴定法:参照《NY/T 1977—2010 水溶肥料总氮、磷、钾含量的测定》

3 结果与分析

3.1 标准曲线的绘制

如图 1 所示,所拟合的函数为 $y = 0.0322x + 0.0013$,其中线性相关系数 $r = 0.99998$,完全满足一般实验室对于分析的要求。

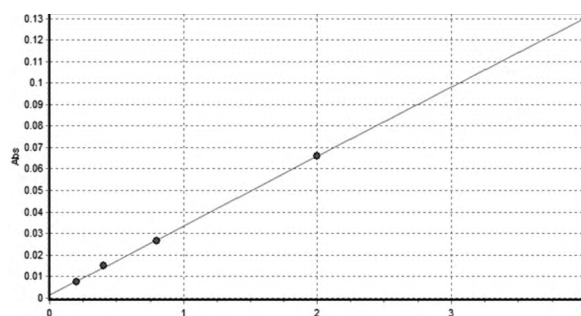


图 1 总氮标准曲线

3.2 样品的测定及计算公式

大量元素水溶肥中总氮含量(质量百分数 %)

气相分子吸收光谱法测定:

$W = [\text{软件计算浓度}] \times \text{稀释倍数} / \text{称量质量}$;

大量元素水溶肥中总氮含量(质量百分数 %)

蒸馏后滴定法测定:

参照《NY/T 1977—2010 水溶肥料总氮、磷、钾含量的测定》。

详细结果如表 1。

表 1 实际样品测试结果

序号	气相分子吸收光谱法测定 总氮质量百分数(%)	蒸馏后滴定法测定 总氮质量百分数(%)
1	28.35	28.12
2	28.23	28.54
3	28.38	28.03
4	28.78	27.79
5	28.26	29.02
6	28.04	28.36
7	28.50	28.38
均值	28.36	28.32

4 结语

通过以上检测结果可以看出,利用气相分子吸收光谱法测定总氮含量与传统的蒸馏后滴定法结果相近,但是相比于滴定法繁琐耗时且多为人工操作,人为操作误差较大的缺点,气相分子吸收光谱法具有操作简单、分析速度快、抗干扰能力强等有点。

气相分子吸收光谱法能够大大提高总氮测定

的速度,提高工作效率,该方法在农业检测领域具有巨大的推广价值。

参考文献

[1] 张弛. 植物氮素营养失调的表现[J]. 中国农资, 2012,

(29): 24-24.

[2] NY/T1977-2010 水溶肥料总氮、磷、钾含量的测定[S].

[3] HJ/T199-2005 水质 总氮的测定 气相分子吸收光谱法[S].

收稿日期:2018-08-17

作者简介:刘丰奎,男,1984年生,高级工程师,理学学士,主要从事分析设备技术开发,E-mail:182376777@163.com。

通讯作者:E-mail:liucong99@qq.com。

信息简讯

浙大在微型分析仪器研制方面再创新高

近日,浙江大学方群教授研究组研制出一台可完全手持并独立工作的高速毛细管电泳分析仪,这是迄今为止国际上尺寸最小的基于激光诱导荧光检测的高速毛细管电泳分析仪,该成果以“A Low-Cost Palmtop High-Speed Capillary Electrophoresis Bioanalyzer with Laser Induced Fluorescence Detection”为题发表在学术期刊“SCIENTIFIC REPORTS”上。第一作者为浙江大学化学系微分析系统研究所潘建章副研究员、方盼博士和方晓霞博士,通讯作者为浙江大学化学系微分析系统研究所方群教授。

这款掌上 HSCE 分析仪整体尺寸仅为 90 mm × 75 mm × 77 mm(长×宽×高),重 300g,成本只有约 3500 元。体积虽小,但内部却集成了缺口管阵列自发进样模块、毛细管电泳模块、正交型激光诱导荧光检测模块、高电压模块及电子电路控制模块这

五大部分。在该仪器研制过程中,采用了“极简微型化”的策略,即基于对仪器分析原理的本质化理解和前期基础研究的成果对仪器进行最大程度的简约化系统设计,保留核心功能,删减暂不必要的次要功能,同时充分借用其他学科领域内低成本的商品化元器件构建仪器系统,达到简化系统结构、缩小仪器体积、大幅降低仪器成本的目的,而在分析性能上仍可达到与常规分析系统相当的水平。该仪器作为一个起点,将有助于开拓 HSCE 更多新的应用领域:几分钟的 DNA 片段分离有望取代繁琐耗时的平板凝胶电泳,在广大生化实验室中得到普及;用价廉易得的低成本毛细管取代电泳芯片,自动化的操作和四按键的便捷控制成为走进家庭的敲门砖,进而实现个体化健康管理和疾病预防;电池供电超长待机,这是一款行走的 HSCE,借此进行床旁检测、传染病监控等指日可待。(仪器信息网)