

研究与讨论

麋鹿栖息地水体中氨氮分析测定的研究

李夷平 张树苗* 陈 颀 白加德

(北京麋鹿生态实验中心, 北京 100076)

摘 要: 分别利用气相分子吸收光谱法和分光光度法测定麋鹿栖息地水体中的氨氮含量, 并对两种方法的分析性能及实际样品测定值进行了综合比较。结果显示, 两种方法对实际样品测定值的相对偏差小于 5%。两种方法的准确度与精密度相差不大, 但采用分光光度法分析麋鹿栖息地水体中氨氮分析时间长, 使用气相分子吸收光谱法显著提升了分析效率。气相分子吸收光谱法可以较好地应用于麋鹿栖息地水体中的氨氮的快速分析。

关键词: 麋鹿栖息地 水体 氨氮测定

DOI:10.3969/j.issn.1001-232x.2019.06.013

Analysis and determination of ammonia nitrogen in water of elk habitat. Li Yiping, Zhang Shumiao*, Chen Qi, Bai Jiade (Beijing Milu Ecological Research Center, Beijing 100076, China)

Abstract: The content of ammonia nitrogen in water of elk habitat was determined by gas-phase molecular absorption spectrometry and spectrophotometry respectively, and the analytic performances as well as the results based on the two methods were compared comprehensively. The relative deviation of the two methods was below 5% and the accuracy and precision were similar, but the analytic efficiency was greatly improved by the gas-phase molecular absorption spectrometry method, which can be well applied in the rapid determination of ammonia nitrogen in water of elk habitat.

Key words: Elk habitat; Water; Ammonia nitrogen; Determination

1 引言

麋鹿是我国特有的国家一级保护动物, 曾广泛分布于中国东部及中部地区的长江南北, 后来由于自然灾害及人为原因, 野生麋鹿逐渐灭迹, 1985 年, 中、英两国合作进行了麋鹿重引进项目, 截止 2015 年底, 我国已建立各类麋鹿迁地保护种群 72 处, 虽然我国的麋鹿保护工作取得了较大成绩。但我国的麋鹿遗传多样性起点低, 极易产生遗传漂变。因此, 我国的麋鹿保护工作者越来越关注麋鹿的健康状况和种群繁衍能力^[1]。

水质是影响麋鹿健康状况的重要关键因素之一, 现行麋鹿栖息地环境水监测和研究主要参考地

表水质质量标准^[2], 而氨氮作为衡量地表水环境质量的一项最重要的指标, 常用的检测方法主要采用分光光度法, 该方法检测最终液态样品时易受颜色、浑浊度、其它离子等干扰不能直接测定, 必须进行脱色等前处理操作, 耗时耗力。实验结果容易受操作人员专业熟练度等人为因素影响, 气相分子吸收光谱法作为一种新颖方法, 不仅满足了传统方法准确性等方面的要求, 而且具有直接分析、自动稀释、抗干扰能力强、分析时间段、灵敏度高优点。

本研究分别应用气相分子吸收光谱法与分光光度法对北京南海子麋鹿苑水质氨氮进行了测定, 对两种方法的精密度、准确度等分析性能指标进行了比较, 气相分子吸收光谱法的应用为麋鹿栖息地

基金项目: 北京市科研院 2019 年高层次创新型人才培养体系建设(麋鹿中心人才专项)之创新团队计划“麋鹿遗传资源保护及精细化管理研究”(IG201805N/C1); 国家林业和草原局野生动植物保护与自然保护区管理司项目“麋鹿放归自然种群评估”(LY&-CYJ2018_Q012)。

水体中氨氮快速分析提供了一种新型的分析方法。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

气相分子吸收光谱仪, AJ-3700, 上海安杰环保科技有限公司; 天平, 百分之一天平; 分光光度计, UV755B, 上海佑科仪器仪表有限公司。

盐酸、无水乙醇、溴化钾等, 以上药品均为分析纯。

氨氮标准储备液(浓度为 $1000 \mu\text{g/mL}$, 国家有色有色金属及电子材料分析测试中心), 控制样标准溶液等, 4°C 下密封保存。2mg/L 氨氮标准系列由标准储备液稀释而成, 且现用现配。

2.2 水体样品

分别采集北京南海子麋鹿苑 8 处具有代表性的麋鹿生活区内麋鹿日常饮水处的表层水(水面下 0.5 m) 样品, 送达实验室后立即采用 0.47 微米的玻璃纤维滤膜过滤, 并分别编号 ML-1、ML-2、ML-3、ML-4、ML-5、ML-6、ML-7、ML-8。

2.3 仪器工作条件

气相分子吸收光谱仪工作温度 $20 \sim 30^\circ\text{C}$, 环境湿度 $\leq 85\%$; 氘灯光源, 灯电流 300mA, 气源压力 0.2MPa; 光电倍增管负高压 260V, 测量方式: 峰面积。

2.4 实验方法

样品测定: 气相分子吸收光谱法^[3];

样品测定: 分光光度法^[4]。

3 结果与分析

3.1 动态线性范围

采用两种方法分别对标准系列进行测试, 以吸光值为纵坐标, 标准溶液浓度为横坐标, 拟合得到两种氨氮分析方法的标准曲线, 如图 1 及图 2 所示, 两种方法标准曲线的回归方程分别为: 气相分子吸收光谱法 $y = 0.1142x - 0.00034$, $r = 0.9997$; 分光光度法 $y = 0.3385x - 0.0032$, $r = 0.9997$ 。可见两种方法线性关系均能满足一般实验室对于实验分析的要求。

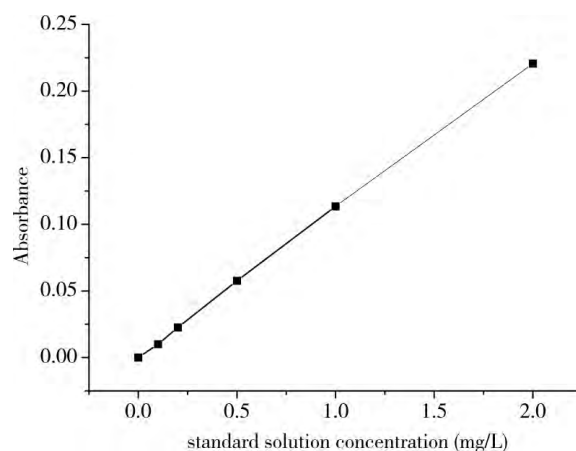


图 1 气相分子吸收光谱法氨氮测定标准曲线

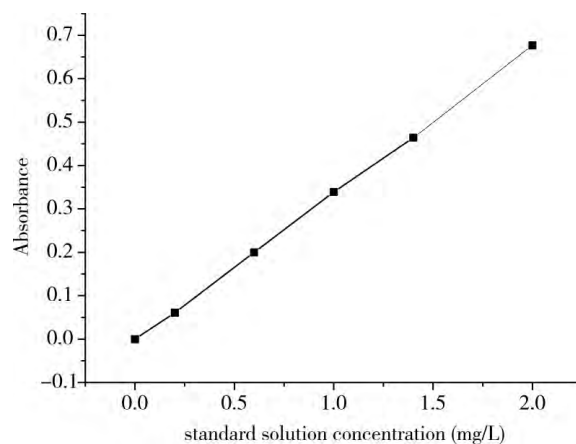


图 2 分光光度法氨氮测定标准曲线

3.2 标准样品测定

分别使用气相分子吸收光谱法和纳氏试剂分光光度法两种方法对氨氮标准样品(证书标称值: $1.49 \pm 0.06 \text{ mg/L}$) 进行 6 次平行测定, 结果如表 1 所示, 均值分别为 1.476 mg/L 和 1.460 mg/L, 相对标准偏差分别为 0.62% 和 0.71%。测定结果均在标准样品的不确定范围内。对两种方法的精密度分别进行方差检验法中的 F 检验, 其 $F = 4.30$ 给定 $\alpha = 0.05$, 查 F 表得临界值, $F_{0.05}(f_1, f_2) = 5.05$, $F < F_{0.05}(f_1, f_2)$, 故无显著性差异。

表 1 标准样品测定结果

方法	1	2	3	4	5	6	均值	相对标准偏差 (%)
气相分子吸收光谱法 (mg/L)	1.469	1.485	1.481	1.486	1.465	1.469	1.476	0.62
分光光度法 (mg/L)	1.454	1.462	1.446	1.473	1.452	1.446	1.460	0.71

3.3 方法检出限

分别使用两种方法测定 0.1mg/L 的氨氮标准溶液 7 次,根据公式 $MDL=3.14 \times SD$,计算出气相

分子吸收光谱法测定氨氮的检出限为 0.007mg/L,纳氏试剂法测定氨氮的检出限为 0.01mg/L。二者的方法检出限差距不大(表 2)。

表 2 方法检出限

方法	1	2	3	4	5	6	7	标准偏差	检出限
气相分子吸收光谱法(mg/L)	0.0942	0.0950	0.0986	0.0958	0.0947	0.0939	0.0996	0.0022	0.007
分光光度法(mg/L)	0.0952	0.0928	0.0965	0.0995	0.0978	0.0899	0.0945	0.0032	0.01

3.4 实际样品测定

对采集的北京南海子麋鹿苑 8 处具有代表性的麋鹿生活区内麋鹿日常饮水处的表层水样品分别

采用气相分子吸收光谱法和分光光度法测定氨氮含量,测定结果如表 3 所示。

表 3 实际样品测定结果

方法	ML-1	ML-2	ML-3	ML-4	ML-5	ML-6	ML-7	ML-8
气相分子吸收光谱法(mg/L)	1.274	2.432	1.828	1.963	3.053	3.328	4.119	2.511
分光光度法(mg/L)	1.196	2.385	1.923	1.987	3.325	3.421	4.325	2.389
方法间相对误差(%)	2.59	0.98	2.53	0.61	4.30	1.30	2.40	2.49

从表中结果可以看出,两种方法的相对误差不超过 5%,两种方法的测定值具有一致性。

省时省力。

参考文献

- [1]张树苗,刘丹妮,白加德,李夷平,吴越,陈硕,常江,侯文华. 麋鹿栖息地水体溶解性有机质光谱学特征[J]. 环境科学与技术,2018,41(10):13-20.
- [2]朱明溪,李俊芳,杨志鹏. 北京南海子麋鹿苑夏季水质变化分析[J]. 水土保持,2016,4(4):93-98.
- [3]HJT195-2005 水质氨氮的测定气相分子吸收光谱法[S].
- [4]HJ 535-2009 水质氨氮的测定纳氏试剂分光光度法[S].

收稿日期:2019-10-10

4 结语

通过对气相分子吸收光谱法和分光光度法两种方法的一系列比较,得出以下结论:

(1)分光光度法分析一个样品至少要 30min,气相分子吸收光谱法的测定,分析一个样品需要 3min,所需时间短;

(2)气相分子吸收光谱法所需试剂少,配制简单,测量过程不需要絮凝沉淀,离心等前处理过程,