

水质检测中硝酸盐氮的测定方法研究

曹媛媛

新疆维吾尔自治区伊犁水文勘测中心

DOI:10.12238/hwr.v9i9.6558

[摘要] 针对水样中硝酸盐氮的测定开展研究,介绍了硝酸盐氮的化学特性及常用测定时的方法原理,即水体中的存在形态、反应性质以及紫外分光光度法、离子色谱法、镉柱还原法、流动注射分析法的原理,并对各方法进行实验研究,介绍仪器、试剂、步骤及方法的特点,然后对不同方法的性能指标进行比较,分析影响干扰因素和消除的方法,并提出优化改进的建议,期望对水质中的硝酸盐氮准确高效测定有所帮助,以满足水环境监测和用水安全监测的需求。

[关键词] 水质检测; 硝酸盐氮; 测定方法

中图分类号: TU46+1 文献标识码: A

Research on the Determination Method of Nitrate Nitrogen in Water Quality Testing

Yuanyuan Cao

Xinjiang Uygur Autonomous Region Ili Hydrological Survey Center

[Abstract] A study was conducted on the determination of nitrate nitrogen in water samples. The chemical characteristics of nitrate nitrogen and the principles of commonly used determination methods were introduced, including the forms and reaction properties in water, as well as the principles of UV spectrophotometry, ion chromatography, cadmium column reduction, and flow injection analysis. Experimental research was conducted on each method, and the characteristics of instruments, reagents, steps, and methods were introduced. The performance indicators of different methods were compared, and the factors affecting interference and elimination methods were analyzed. Optimization and improvement suggestions were proposed, hoping to help accurately and efficiently determine nitrate nitrogen in water and meet the needs of water environment monitoring and water safety monitoring.

[Key words] water quality testing; Nitrate nitrogen; Determination method

引言

目前,测定硝酸盐氮的方法较多,但各方法在检测精度、效率、适用场景等方面存在差异,且易受干扰物质影响。基于此,本文聚焦于水质检测中硝酸盐氮的测定方法,通过梳理相关理论基础,研究不同测定方法的实验过程,对比分析各方法的性能,探讨干扰因素及优化改进措施,以期在选择合适的测定方法、提升测定准确性与效率提供依据,为水质监测工作提供有力支持。

1 硝酸盐氮测定的相关理论基础

1.1 硝酸盐氮的化学特性

硝酸盐氮以硝酸根离子形式存在于水体中,其化学结构为氮原子居中的平面三角形,与三个氧原子形成共价键,性质较稳定。在水体中主要呈溶解态,溶解度高、易迁移,有氧环境下稳定,缺氧时可被微生物还原为亚硝酸盐氮或氮气。其反应特性包括一定氧化性,如酸性条件下可被金属镉还原为亚硝酸盐,且在

紫外光区有特征吸收,这些特性分别为镉柱还原法、紫外分光光度法等测定方法提供了原理支撑,是理解各类测定方法的理论基础。

1.2 水质检测中硝酸盐氮的测定原理概述

水质检测中硝酸盐氮的常见测定方法原理各有侧重:紫外分光光度法利用硝酸盐在约220nm紫外光区的特征吸收,结合275nm处吸光度校正干扰,依朗伯-比尔定律计算浓度;离子色谱法通过色谱柱分离水样中的硝酸根离子与其他阴离子,依据保留时间定性、峰面积或峰高定量;镉柱还原法在酸性条件下将硝酸盐经镉柱还原为亚硝酸盐,采用重氮偶合比色法测定总量后扣除原有亚硝酸盐,得到硝酸盐氮浓度;流动注射分析法则将还原或显色反应与流动注射技术结合,通过自动化流路实现快速连续测定,原理与上述方法一致但更高效。这些方法分别基于硝酸盐的光学特性、离子分离行为及氧化还原特性提供测定依据^[1]。

2 常见硝酸盐氮测定方法的实验研究

2.1 紫外分光光度法

紫外分光光度法测定硝酸盐氮的实验中,所需仪器主要包括紫外分光光度计、容量瓶、移液管等;试剂则需准备硝酸钾标准储备液、1mol/L盐酸溶液、无氨水等。实验步骤大致分为:首先绘制标准曲线,即分别吸取不同体积的硝酸钾标准使用液于容量瓶中,加盐酸溶液调节pH后用无氨水定容,依次在220nm和275nm波长下测定吸光度,以硝酸盐氮浓度为横坐标、校正吸光度为纵坐标绘制标准曲线;样品预处理环节,若水样浑浊需经滤膜过滤去除悬浮颗粒,若有机物含量较高可加入活性炭吸附或采用絮凝沉淀法处理;随后测定样品吸光度,同样在220nm和275nm处测量,代入校正公式计算吸光度后从标准曲线查得硝酸盐氮浓度。该方法的检测限通常较低,精密度较好,准确度通过标准样品回收率验证多在95%-105%之间;但受干扰因素较明显,浊度会导致吸光度偏高,需通过过滤消除,而水中含有的腐殖质等有机物在220nm和275nm处均有吸收,仅靠校正公式难以完全消除干扰,可能导致测定结果偏高,因此对有机物含量高的水样需结合预处理方法优化^[2]。

2.2 离子色谱法

离子色谱法测定硝酸盐氮的实验中,仪器主要包括带电导检测器的离子色谱仪、阴离子交换色谱柱及滤膜过滤器等;试剂为硝酸盐氮标准溶液、适配色谱柱的淋洗液和超纯水。实验条件通常设淋洗液流速1.0-1.5mL/min、柱温30-35℃、进样量20-50 μ L。操作流程为:配制系列标准溶液过滤后进样,绘制标准曲线;水样经滤膜过滤后注入仪器,根据硝酸根离子保留时间定性、峰面积定量。该方法分离效果好,能有效区分硝酸根与其他常见阴离子;检测速度较快,单个样品分析约10-15分钟;对复杂水体适用性强,经适当预处理即可准确测定,且精密度较好。

2.3 镉柱还原法

镉柱还原法测定硝酸盐氮时,镉柱的制备需将粒度均匀的金属镉粒填充于玻璃柱中,通过稀盐酸浸泡活化后用无氨水冲洗至中性,使用前需用硝酸盐标准溶液检验还原效率;日常维护中,需避免柱内干涸或接触强氧化剂,每次使用后用无氨水冲洗,长期不用时需浸泡在无氨水中以保持活性。实验试剂包括:碘胺溶液、N-1-萘基乙二胺盐酸盐溶液、盐酸溶液、硝酸钾标准溶液及氨基磺酸铵溶液。测定步骤如下:首先对水样进行预处理;随后将水样通过镉柱,使硝酸盐还原为亚硝酸盐;取还原后的水样,加入碘胺溶液和N-1-萘基乙二胺溶液,在酸性条件下生成紫红色偶氮化合物,静置15分钟后在540nm波长处测定吸光度,同时做空白实验和标准曲线以计算浓度。还原效率是方法准确性的关键,若镉柱老化或流速过快导致还原不充分,会使测定结果偏低;显色稳定性受温度和时间影响,室温过高易导致显色过快褪色,需控制反应温度在15-25℃且显色后30分钟内完成测定,否则会引入误差。该方法适用于地表水、地下水等较清洁水体的硝酸盐氮测定,操作简便且成本较低,但对高浓度有机物或

还原性物质较多的污水适应性较差,因这类物质会干扰还原反应或显色过程^[3]。

2.4 其他方法

流动注射分析法测定硝酸盐氮的实验装置由自动进样器、蠕动泵、反应模块、检测器及数据处理系统组成,还原柱多填充镉粒,显色池用于偶合反应。工作流程为:蠕动泵将水样、试剂按比例泵入反应模块,在流动中完成混合、还原、显色等反应,检测器测吸光度后由系统自动计算浓度。该方法自动化程度高,可自动完成进样、检测及数据记录,减少人工误差;检测效率高,单个样品分析仅需3-5分钟,适合大批量样品测定。与其他方法相比,其自动化和效率优势显著,远超人工参与度高的紫外分光光度法、镉柱还原法,也快于离子色谱法,但设备初期投入较高,抗干扰能力依赖前处理模块设计。

3 不同测定方法的性能对比与优化

3.1 方法性能指标对比

不同硝酸盐氮测定方法的性能指标存在显著差异:在检测精度方面,离子色谱法的相对标准偏差通常小于3%,回收率多在98%-102%之间,精度最高;流动注射分析法次之,相对标准偏差约3%-5%,回收率95%-105%;紫外分光光度法和镉柱还原法的相对标准偏差一般为5%左右,回收率分别为90%-110%和85%-105%,受干扰影响略大。检测范围上,离子色谱法可达0.1-100mg/L,适用于高浓度样品;紫外分光光度法检测范围较宽,但高浓度需稀释;镉柱还原法适合中低浓度,高浓度易导致还原不完全;流动注射分析法范围与镉柱还原法相近,可通过调整进样量适当扩展。操作简便性方面,紫外分光光度法和镉柱还原法设备简单、步骤直观,适合基层实验室操作;离子色谱法需专业人员维护仪器和优化色谱条件,操作较复杂;流动注射分析法虽前期调试复杂,但运行时自动化操作,人工干预少。分析速度上,流动注射分析法最快,离子色谱法次之,紫外分光光度法和镉柱还原法较慢。成本方面,离子色谱法和流动注射分析法设备成本高,紫外分光光度法和镉柱还原法仪器便宜、试剂成本低。综合来看,离子色谱法适用于复杂基质、多离子同时测定的高精度需求场景;流动注射分析法适合大批量样品的快速筛查;紫外分光光度法适用于清洁水体的常规检测;镉柱还原法适用于基层实验室对中低浓度水样的分析^[4]。

3.2 干扰因素及消除方法

不同水体中存在的氯离子、亚硝酸盐、有机物等干扰物质对各类硝酸盐氮测定方法的影响及消除手段存在差异:氯离子对离子色谱法的影响较小,但若浓度过高可能影响色谱柱寿命,可通过稀释样品或选用高容量色谱柱缓解;对镉柱还原法会抑制还原反应,导致结果偏低,可加入硝酸银溶液沉淀氯离子。亚硝酸盐会直接干扰镉柱还原法和流动注射分析法,因其会被计入还原后的亚硝酸盐总量,需添加氨基磺酸铵将亚硝酸盐分解为氮气以消除干扰。有机物对紫外分光光度法的干扰显著,因其在220nm和275nm处有吸收,可通过活性炭吸附、絮凝沉淀或固相萃取去除;对离子色谱法的影响主要体现为污染色谱柱,可通过

0.22 μm 滤膜过滤结合固相萃取柱净化消除;对镉柱还原法会覆盖镉粒表面降低还原效率,需用高锰酸钾氧化或有机溶剂萃取去除有机物。此外,浊度会使紫外分光光度法吸光度偏高,通过0.45 μm 滤膜过滤即可消除;高浓度金属离子可能影响显色反应,可加入EDTA等掩蔽剂络合消除。针对不同干扰物质,需结合测定方法特性选择预处理手段或添加掩蔽剂,以确保测定结果的准确性^[5]。

3.3 方法的优化改进建议

针对目前常用的硝酸盐氮测定方法的不足,可以从样品前处理、仪器参数和操作流程等方面进行改善:对于紫外分光光度法,由于其受有机物干扰严重,可优化前处理工艺,如采用固相萃取柱(如C18柱)富集去除水中的腐殖质等有机物,或者采用紫外氧化技术(如紫外灯照射)破坏水中的大分子有机物,并且对仪器参数进行调节,如增加某些波长的校正因子,补偿有机物干扰带来的误差;对于镉柱还原法存在操作步骤多,还原效率不稳定等问题,则可以在镉柱的制作上进行改进,可将镉柱用镀镉海绵或者是镉-铜合金颗粒填充,这样做的优点就是能够使得还原材料更加均匀,提高了使用寿命的同时也能简化实验步骤,利用半自动进样装置代替人工进样;控制好进样时的水样 pH 值以及流速,同时还要保证双流体的流量恒定,使还原率得到改善;对于离子色谱法,则可以通过合理调配淋洗液比例缩短分析时间,并且运用先进的色谱柱保护手段来降低复杂样品对于色谱柱的污染,提高柱寿命;对于流动注射分析法来说,可以通过加入在线固相萃取模块提高其抗复杂基质干扰的能力,然后根据具体使用的基质样品情况对相应的反应试剂配比、温度等条件进行优化调整。对于具体的测定来说要有的放矢地弥补各种方法的缺点,

提高测定的效率和准确度,并应用到更多的场合中去^[6]。

4 结语

综上所述,用于水质的硝酸盐氮测定方法虽然都有各自的原理、实验步骤以及特点,但是由于紫外分光光度法、离子色谱法、镉柱还原法和流动注射分析法检测的精确度、检测范围、是否容易操作、速度快慢和成本高低都有所不同,在使用上也会存在一些差别。同时,每种方法都受到氯离子、亚硝酸盐和有机物的干扰,都存在着消除干扰的方法。通过对各种方法进行适当的改进,包括优化前处理工艺、调整仪器参数等方法可以有效地克服其不足之处,提高方法测定能力。

【参考文献】

- [1]周金宏,冯东辉,孙悦,等.紫外-可见分光光度法在水质检测中的应用优化[J].中国品牌与防伪,2025,(04):71-73.
- [2]巫月蓉.水质检测中总氮低于三氮总和研究与优化[J].福建分析测试,2024,33(05):47-50.
- [3]任方涛,马凤颖.基于组合模型的水质亚硝酸盐氮含量检测技术研究[J].智能计算机与应用,2024,14(09):104-110.
- [4]胡欣恺.江西萍乡市安源区2020年城乡生活饮用水水质监测及影响因素分析[J].中国校医,2023,37(08):592-595.
- [5]朱慧国.环境水质样品理化参数检测数据的合理性检验及相关性分析[J].皮革制作与环保科技,2023,4(11):33-35.
- [6]朱振兴,江兴龙,刘勇.高效脱氮降磷菌株的筛选及在工厂化鳢鲡养殖中的应用[J].渔业现代化,2023,50(02):32-39.

作者简介:

曹媛媛(1992--),女,汉族,四川人,大学本科,助理工程师,研究方向:水质检测。