

Study on determination method and quality control strategy of total nitrogen in water quality analysis

Jufen Nie¹ Liheng Xiao^{2*} Shuntao Yang¹ Jianjian Jiang¹

1. Yunnan Institute of Ecological Environment Science, Key Laboratory of Pollution Process and Management of Plateau Lake Basin, Kunming, Yunnan, 650034, China

2. Chuxiong Yi Autonomous Prefecture Inspection and Testing Certification Institute, Chuxiong, Yunnan, 675000, China

Abstract

In the context of modern economic development, people's environmental awareness is growing stronger, and they are gradually establishing good health consciousness, leading to an increasing demand for drinking water safety. To meet this, it is essential to conduct water quality analysis to provide evidence for the pollution levels of drinking and surface water. In the process of total nitrogen determination, appropriate testing methods must be selected, such as alkaline potassium persulfate digestion, UV spectrophotometry, and ion chromatography, while optimizing sample collection, experimental water use, experimental environment, and the selection and adjustment of reagents. This ensures the precision and efficiency of total nitrogen determination. The article primarily analyzes the methods for determining total nitrogen in water quality analysis and focuses on the strategies for quality control in total nitrogen determination. This aims to effectively enhance the accuracy and reliability of water quality analysis results, providing more comprehensive and precise data for assessing water pollution levels and analyzing water body nutrient status, thus creating favorable conditions for the implementation of water pollution control efforts.

Keywords

water quality analysis, total nitrogen determination, quality control

水质分析中总氮的测定方法及质量控制策略研究

聂菊芬¹ 肖丽恒^{2*} 杨顺涛¹ 蒋尖尖¹

1. 云南省生态环境科学研究院云南省高原湖泊流域污染过程与管理重点实验室, 中国·云南昆明 650034

2. 楚雄彝族自治州检验检测认证院, 中国·云南楚雄 675000

摘要

现代化经济发展背景下, 人们的环保意识越来越强, 且逐渐树立良好的健康意识, 对饮用水安全要求呈现增长趋势。基于此, 要做好水质分析工作, 为饮用水、地表水污染程度提供依据。其中在总氮测定过程, 需要选择合适的检测方法, 如碱性过硫酸钾消解法、紫外分光光度法、离子色谱法等, 并优化样品采集、实验用水、实验环境、优化试剂选择调控等工作, 从而保障总氮测定工作的精准化、高效化开展。文章主要对水质分析中总氮的测定方法进行分析, 并重点探究总氮测定质量控制策略, 进而有效提升水质分析结果准确性和可靠性, 为水污染程度评估与水体营养状态分析提供更加全面、精准的数据依据, 保障水环境污染治理工作的开展创建良好条件。

关键词

水质分析 总氮测定 质量控制

1 引言

水体中的氮、磷等物质与水体污染程度、富营养化状态等息息相关。此外, 富营养化的水体会对人体健康造成直接、间接的威胁。因此, 相关单位需要加大对水质分析工作的重视程度, 并优化总氮测定工作, 帮助工作人员详细了解水体中的氮浓度, 为后续水资源利用、开发创建良好条件。

【作者简介】聂菊芬(1978-), 女, 中国云南富源人, 硕士, 高级工程师, 从事流域和湖泊水质检测分析研究。

2 水质分析中总氮的测定方法

2.1 碱性过硫酸钾消解法

在水质分析工作中, 需要精准检测总氮浓度, 以便为水体污染程度、营养状态评估工作提供数据依据。其中碱性过硫酸钾消解法属于实验室测定技术, 在具体应用中, 需要创造高温、高压条件, 并利用过硫酸钾作为氧化剂, 利用氧化反应把水样中的有机氮、无机氮进行消解, 并转化为硝酸盐。在此基础上还需要利用分光光度法精准测定硝酸盐的具体浓度^[1]。该方法重复性较强, 且检测结果较为准确, 检测限达到 0.05 mg/L, 能够对地下水、地表水、废水等低浓

度总氮测定中保持较高的灵敏度,且方便操作,成本较低,能够把检测误差控制在5%以内。但是该方法应用中需要严格控制实验温度、压力,保障过硫酸钾具有较高的纯度。

2.2 离子色谱法

这是一种现代化分析技术,主要是通过离子交换原理,利用相应的离子交换树脂把水样中的氮化合物进行分析,并利用电导检测器检测出水样中痕量的硝酸盐、亚硝酸盐、铵离子等多种形态的氮。该方法的灵敏度较高,可选择性较强,检测限到达微克/每升级别,在测定低浓度总氮工作中发挥重要作用。但是该方法的技术要求较高,设备成本高。

2.3 紫外分光光度法

该技术应用中,主要是利用紫外光测定硝酸盐的吸收特性,即通过特定波长的紫外光照射经过处理的水样,并利用吸光度对水样中的总氮含量进行精准测量。在具体应用中,主要对220nm—275nm波长内的吸光度差值进行测定,进而精准计算总氮浓度^[2]。该方法方便操作,且水样中杂质会影响检测结果准确性,因此需要利用校正因子、双波长法等规避干扰,保障检测结果精准度。该技术检测有机氮时灵敏度较高,但检测无机氮时灵敏度不高。例如,2024年,在滇池污染物检测过程中,利用碱性过硫酸钾紫外分光光度法进行检测,得出该年度滇池的总氮含量为8981吨。其中滇池在正常情况下总氮的水环境容量为4000吨。因此,为了对滇池水质进行科学治理,需要通过建设雨污分流改造工程、建设城镇水质净化厂等方式,有效改善滇池水质。

2.4 现场测定方法

在现场测定工作中,需要利用便携式总氮分析仪进行现场测试,且该方法便捷性较强,能够保障检测数据即时性、准确性,能够把检测偏差控制在5%以内,能够精准反应水质污染程度^[3]。

3 水质分析中总氮测定质控方法

3.1 优化样品采集

在水样总氮测定工作中,需要优化样品采集和保存工作,避免影响后续检测结果的准确性。在具体作业中,要严格按照相关标准要求进行规范性采样,进而保障样品代表性、完整性;同时要结合流速、流量、污染物分布等情况,优化选择布点位置;采集前,需要提前清洗容器,并利用待测水样进行润洗,防止交叉污染;科学保存水样,一般在4℃环境中进行冷藏,避免氨物质过度挥发,且尽量在24小时内完成检测工作,避免微生物活动、化学反应等影响检测结果准确性;要选择0.45微米的滤膜对水样进行过滤^[4]。

3.2 控制实验用水质量

在测定水样中的总氮含量时,需要选择合适的实验用水,通常以酸化蒸馏法处理后的实验用水进行操作,这样能够最大程度上降低水中的氮含量,避免影响检测结果准确性。但是如果实验室用水发生氮氧化的问题,或者超纯水电

导率超过一定范围,会严重影响总氮检测结果准确性。因此为了对总氮测定质量进行有效控制,需要严格把控实验用水氮含量、调控导电率等。一般情况下,总氮测定中的实验用水包含无氨水、去离子水等。在制备无氨水时,每升水中放入0.10毫升浓硫酸进行蒸馏处置,其开始、最后蒸馏出的100毫升容器不能用,这样能够保障实验用水纯度,避免影响检测精度^[5]。

3.3 优化试剂选择

(1)试剂纯度。试剂纯度与总氮测定结果准确性息息相关,尤其是氢氧化钠、过硫酸钾等试剂的纯度关系更大。在紫外风光光度法对水样中的总氮进行测定时,为了对氢氧化钠过硫酸钾的含氮质量分数进行合理控制,需要把碱性过硫酸钾的消解标准控制在0.0005%以内,同时硝酸盐的采用标准以优级纯、基准试剂优先。但是在具体操作过程中,由于受到工艺、流程的影响,致使国产碱性过硫酸钾含氮量过高,导致空白实验值超标严重;此外进口试剂水质总氮含量成本较高。针对以上情况,需要利用重结晶的方式对国产过硫酸钾就进行提纯,这样保障硫酸钾溶液符合实验标准要求,同时对实验控制进行严格控制,严格按照优级纯标准选择盐酸试剂^[6]。(2)试剂的提纯。试剂纯度与总氮测量精度息息相关,但是现有国产过硫酸钾试剂含氮量不达标,需要利用提出方式对过硫酸钾纯度进行控制,确保其含氮量符合标准要求,避免影响总氮测定空白值过大的问题。在具体提纯工作中,要利用二次重结晶方式提纯过硫酸钾,进而把空白吸光度进行严格控制,避免超过0.030。在具体提纯作业中,需要在一千毫升的玻璃烧杯中注入八百毫升离子水,然后分几次向其中投放试剂,然后通过60赫兹超声波功率以及30摄氏度的条件对其加热处理,使其完全溶解后,自然冷却,并存储在4摄氏度的环境中,完成提纯目标。为了防止试剂在提纯过程中受到污染,需要利用PP保鲜膜密封烧杯,并使用离子水重复清洗重结晶的晶体,把晶体防止在50摄氏度的烘箱中,重复两次,进而提高提纯效果,然后避光保存。(3)试剂的配置。在对过硫酸钾溶液进行配置时,要利用分开形式单独配置氢氧化钠、过硫酸钠,且把加热温度控制在60摄氏度以下,将其溶解后,冷却到室温,这样把氢氧化钠溶液、过硫酸钾溶液混合。

3.4 器皿选择与实验环境调控

在水质分析工作中,器皿的选择、清洗、应用等直接关系到总氮检测结果准确性,如果清洗液、清洗方式选择不合理,会导致器皿内残留过多的但物质,进而影响总氮测定准确性。如果使用酸碱性清洗液,会使其中的酸碱性物质与水样中的氮元素产生化学反应,进而干扰检测结果准确性。基于此,在检测过程中需要选择合适的器皿。同时还需要对实验环境进行优化调控,确保空气浓度、湿度、温度等控制在合理范围内,避免空气粉尘过多影响检测结果^[7]。由此可见,为了对水质分析结果进行严格控制,需要精准监测器

血氮残留、实验环境空气、湿度等指标；尤其要选择石英材质的器皿，这样能够有效控制溶解试剂、实验水质等指标；科学分析空气环境、器皿本身氮含量，避免器皿内存在氮残留，这样才能保障水质氮含量、比色清晰度、酸碱性等保持标准性，避免影响水质监测精度；同时还需要优化控制实验环境，如通过专业的空气监测仪对实验室湿度、实验室温度等参数进行严格监测，进而保障实验安全，确保最终检测精度。在操作环节中，要严格按照相关标准要求开展实验作业，严禁利用带氨试剂、水等现象，避免同一时间开展其他铵盐类试剂、硝酸、氨水等分析实验，防止出现交叉污染问题，进而保障检测精度。

3.5 控制消解温度及时间

在水质分析过程中，为了保障总氮检测精度，需要对消解时间、温度、压力等参数进行优化控制和调整，进而保障测定实验工作的有序推进。通常情况下，水样消解压

力需要控制在 $1.2-1.4\text{kg}/\text{cm}^3$ 范围内，消解压力需要控制在 $120-124$ 摄氏度范围内，尤其要利用高压蒸汽灭菌器开展消解作业。在消解过程中，需要工作人员定期检查灭菌器压力表，避免橡胶密封圈失效，一旦发现异常情况，需要第一时间更换、维修，这样可以避免漏气事故的发生^[8]。通常情况下，消解时间需要控制在半小时，如果消解温度较低，则需要适当延长消解时间，如 45 分钟，这样可以对过硫酸钾进行充分分解，避免空白实验值过高影响检测结果准确性。但是需要把碱性过硫酸钾试剂控制在 220nm 角度，这样能够有效提升消解效果。其中，在对泸沽湖中的总氮含量进行检测时，不同消解时间对空白吸光值及测定结果的影响如表 1 所示。

把样品从压力蒸汽灭菌器中取出后，需要对其冷却时间进行严格控制，其中在泸沽湖总氮测定过程中，不同冷却时间对试验空白及测定结果影响如表 2 所示。

表 1 泸沽湖总氮测定中不同消解时间对空白吸光值及测定结果的影响

| 消解时间 /min | 空白吸光值 /A | 标准样测定值 / (mg/L) | 相对误差和 /% |
|-----------|----------|-----------------|----------|
| 30 | 0.072 | 1.49 | 12 |
| 45 | 0.028 | 1.61 | 6.6 |
| 60 | 0.023 | 1.70 | 1.7 |
| 75 | 0.020 | 1.76 | 1.6 |

表 2 泸沽湖总氮测定中不同冷却时间对试验空白及测定结果影响

| 冷却时间 /h | 空白吸光值 /A | 标准样测定值 / (mg/L) | 相对误差和 /% |
|---------|----------|-----------------|----------|
| 0.5 | 0.085 | 1.46 | 14 |
| 1.0 | 0.063 | 1.57 | 9.9 |
| 2.0 | 0.029 | 1.71 | 0.83 |
| 3.0 | 0.0224 | 1.76 | 1.8 |

4 结语

综上所述，为了对水质污染程度进行精准测定，需要做好水质分析工作，尤其要采取科学方法精准测定总氮含量，其中常见的方法有碱性过硫酸钾消解法、紫外分光光度法、离子色谱法等，同时要对实验用水、溶解试剂、溶解温度等影响因素进行严格控制，进而保障总氮测定质量。

参考文献

- [1] 徐志锐. 水质分析中总氮测定方法及处理措施 [J]. 化学工程与装备, 2023, (05): 213-214.
- [2] 臧平安, 郝俊. 气相分子吸收光谱法及应用 [M]. 化学工业出版社: 202211. 201.
- [3] 赵勇. 水质分析总氮测定中空白值偏高的影响因素 [J]. 大众标准化, 2022, (06): 184-186.
- [4] 陶路. 水质分析中总氮测定的常见问题及解决方法 [J]. 节能与环保, 2019, (10): 49-50.
- [5] 史艳芬. 水质分析中总氮测定的影响因素探讨 [J]. 环境与发展, 2017, 29 (06): 140-141.
- [6] 于磊, 王磊. 水质分析中总磷总氮联合消解测定方法的研究 [J]. 全面腐蚀控制, 2016, 30 (05): 19-21.
- [7] 孙亚平, 张莹莹, 邢宗娜, 等. 水质分析中总氮测定的影响因素探讨 [J]. 环境科技, 2013, 26 (06): 60-63.
- [8] 彭浩, 王志强, 周斌, 等. 对水质分析中的总氮、总磷的联合测定 [J]. 科技传播, 2011, (22): 87+92.