

气相分子光谱法测定水中硝酸盐氮的研究

倪冬梅 倪 丽 孙小锋

南通市如皋生态环境监测站 江苏南通 226500

摘要: 本文旨在探讨气相分子光谱法在水中硝酸盐氮分析中的应用, 通过对传统分析方法的局限性和挑战进行阐述, 探讨了气相分子光谱法的基本原理、技术特点以及在水中硝酸盐氮分析中的具体应用方法。同时, 评估了该方法在水质监测中的优势和限制, 并提出了未来的研究方向和发展趋势。

关键词: 气相分子光谱法; 硝酸盐氮; 水质分析

Study on determination of nitrate nitrogen in water by gas phase molecular spectrometry

Dongmei Ni, Li Ni, Xiaofeng Sun

Nantong Rugao Ecological environment monitoring station Nantong, Jiangsu 226500

Abstract: This paper aims to explore the application of gas-phase molecular spectroscopy in the analysis of nitrate nitrogen in water. It begins by elucidating the limitations and challenges of traditional analytical methods and proceeds to discuss the fundamental principles, technical features, and specific application methods of gas-phase molecular spectroscopy in the analysis of nitrate nitrogen in water. Furthermore, this paper evaluates the advantages and limitations of this method in water quality monitoring and presents potential future research directions and trends.

Keywords: Gas Phase Molecular Spectroscopy; Nitrate Nitrogen; Water Quality Analysis

引言:

水中硝酸盐氮的污染已成为当今环境保护和水资源管理的重要问题。硝酸盐氮的存在与农业、工业和城市排放等活动密切相关, 其过量浓度可能引发生态系统破坏和人类健康问题。然而, 传统的水质分析方法存在着分析周期长、操作复杂以及样品处理过程中的干扰等局限性。因此, 迫切需要一种快速、准确、高灵敏度的分析方法来监测水中硝酸盐氮。本文将介绍气相分子光谱法作为一种潜在的解决方案, 该方法通过分析气相分子的光谱特征来实现对水中硝酸盐氮的准确测量, 具有广阔的应用前景。

一、气相分子光谱法的基本原理

分子光谱法是一种基于分子吸收或散射光的特性进行分析的方法。其基本原理是通过分析物质对特定波长范围内的光的吸收或散射来确定其成分和浓度。

在分子光谱法中, 光通过样品时, 会与样品中的分子发生相互作用。根据不同的光与物质之间的相互作用方式, 分子光谱法可以分为吸收光谱和散射光谱两种。

吸收光谱是指样品中的分子吸收光能量的过程。当样品中的分子受到入射光的激发时, 其分子中的电子会跃迁到高能级, 吸收光的能量。这些吸收光的能量与分子的结构和化学键的特性密切相关, 因此可以通过测量样品吸收光的强度来推断分子的存在和浓度^[1]。散射光谱是指样品中的分子对入射光进行散射的过程。当入射光与样品中的分子相互作用时, 光会被分子散射到不同的方向。根据散射光的特性和强度, 可以确定样品中的分子成分和浓度。

分子光谱法的基本原理是建立在物质与光之间的相互作用关系上。通过测量样品与光的相互作用过程中光的特性变化, 可以得到样品中分子的信息。这为气相分子光谱法在水中硝酸盐氮分析中的应用提供了理论基础。

二、气相分子光谱法在水中硝酸盐氮分析中的应用

1. 样品的制备与预处理

样品的制备与预处理在气相分子光谱法的应用中起着关键作用, 对于获得准确和可靠的分析结果至关重要。样品的收集是样品制备的第一步。水样可以来自自

然水体、水处理厂、工业废水等不同来源。在收集样品时, 需要注意样品的采集时间和位置, 以确保样品的代表性。同时, 为防止样品的污染和损失, 在采样过程中应使用干净的采样容器, 并避免与外界杂质接触^[2]。接下来是样品的预处理。预处理的目的是去除水样中的杂质、浓缩目标成分, 以提高分析的准确性和灵敏度。常见的预处理方法包括过滤和浓缩。过滤是一种常用的预处理方法, 通过滤膜或滤纸去除水样中的悬浮物和颗粒物。选择合适的滤膜孔径和过滤方式, 可以有效去除杂质, 避免对后续分析的干扰。浓缩是在水样中硝酸盐氮浓度较低的情况下提高分析灵敏度的关键步骤。常用的浓缩方法包括蒸发浓缩和固相萃取。蒸发浓缩是通过将水样在适当的温度下蒸发, 使水分减少而目标成分浓缩。固相萃取则是利用固相萃取柱将目标成分吸附并富集, 随后通过洗脱获取浓缩样品。选择合适的浓缩方法需要考虑样品特性和分析要求, 以获得满足光谱分析要求的样品浓度。

在样品制备过程中, 还应注意样品的保护措施。硝酸盐氮易受光、热、化学反应等因素的影响, 可能导致分解或转化。为保持硝酸盐氮的稳定性, 可以通过调整样品的pH值、添加适量的酸或碱来进行样品保护。此外, 对于无法立即进行分析的样品, 应尽快进行冷藏或冷冻保存, 以防止硝酸盐氮的分解和转化。

合理的样品制备和预处理步骤可以去除干扰物质、提高目标成分的浓度, 为后续的光谱分析提供可靠的样品基础。因此, 在样品制备和预处理过程中, 需要严格遵守操作规范, 根据实际情况进行合理选择, 以获得准确、可重复的分析结果。

2. 光谱仪器的选择与设置

光谱仪器的选择和设置对于气相分子光谱法在水中硝酸盐氮分析中的应用至关重要。正确选择合适的光谱仪器, 并进行适当的设置和优化, 可以提高分析的准确性、灵敏度和可重复性。

在选择光谱仪器时, 首先需要考虑光源的选择。光源是产生光信号的关键组成部分, 对于气相分子光谱法的应用来说尤为重要。常见的光源有白炽灯、氘灯和氙灯等。白炽灯是一种广谱辐射光源, 适用于一般的光谱分析^[3]。而氘灯和氙灯则具有较窄的谱线, 能够提供更高的分辨率和灵敏度。根据分析的需求和样品特性, 选择适当的光源进行分析。在光谱仪器的选择过程中, 还需要考虑波长范围的覆盖和分辨率的要求。确保光谱仪器的波长范围能够覆盖目标分析物的吸收或散射波长范

围, 以获取准确的光谱数据。同时, 根据目标分析物的特性和样品复杂性, 选择合适的分辨率。较高的分辨率可以提高分析精度, 但也会增加分析时间和成本。在选择合适的光谱仪器后, 进行仪器的设置和优化是确保分析准确性和可靠性的重要环节。在设置方面, 需要调整光源的亮度和稳定性, 确保光源的输出稳定且光强均匀。选择适当的光栅和滤光片, 以控制入射光的波长和选择性。此外, 调整检测器的增益和积分时间, 以获得最佳的信号强度和信噪比。仪器的优化还包括光谱仪器的校准。校准是为了确保仪器输出的信号与样品的浓度之间存在准确的线性关系。通过使用标准物质和建立校准曲线等方法, 可以对光谱仪器进行校准。校准过程需要使用一系列已知浓度的标准溶液, 测量其吸收或散射光强, 并绘制标准曲线。根据标准曲线, 可以准确计算出样品中硝酸盐氮的浓度。

3. 数据处理与分析方法

数据处理与分析是气相分子光谱法在水中硝酸盐氮分析中不可或缺的一部分。通过合理的数据处理方法和分析策略, 可以从光谱数据中提取目标分析物的信息, 并实现准确、可靠的结果解读^[4]。

在进行气相分子光谱法分析时, 通过光谱仪器获取样品的吸收或散射光谱数据。这些数据包含了样品与特定波长的相互作用信息, 可以用来确定硝酸盐氮的存在和浓度。由于样品中可能存在其他化合物的吸收或散射, 这些背景信号会产生干扰, 影响目标分析物的信号提取。通过选择光谱数据中不受样品影响的波长范围, 进行基线校正可以消除背景干扰, 提高信号质量。在确定目标分析物的光谱峰之后, 需要进行峰识别与峰面积计算。根据硝酸盐氮的吸收特性, 在适当的波长范围内选择一个峰作为目标峰, 通过计算峰的吸光度或散射强度可以获取样品中硝酸盐氮的浓度。峰识别可以采用手动寻峰算法或自动识别软件进行, 确保选取的峰与目标分析物相关联。为了进行定量分析, 通常需要建立校准曲线。通过使用一系列已知浓度的标准溶液, 测量其吸收或散射光谱, 并根据吸光度或散射强度与浓度之间的关系绘制校准曲线。常用的曲线拟合方法是线性回归, 通过拟合曲线可以实现样品浓度与光谱峰面积之间的线性关系。在数据处理与分析过程中, 还需要评估方法的精密度和准确度。精密度评估可以通过重复测量和分析一系列标准溶液来计算, 得出重复测量的相对标准偏差。准确度评估可以通过与已知浓度的标准溶液进行对比分析, 计算出分析结果的相对误差, 以硝酸盐氮浓度(X)为横

坐标, 峰高 (y) 为纵坐标绘制氨氮标准曲线, 结果见图 1。由图 1 可知, 硝酸盐氮用气相分子吸收光谱仪分析法标准曲线回归方程:

$$y=0.04431x+0.00083$$

相关系数 $R = 0.99939$, 完全满足分析要求。

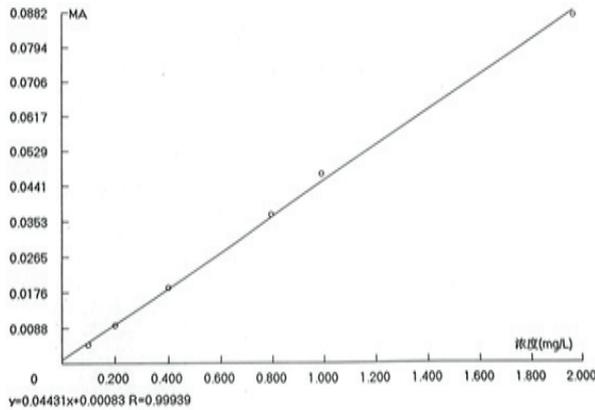


图 1 硝酸盐氮气相分子吸收光谱仪分析法标准曲线

进行多次测试并比较结果, 在相同条件下, 对同一样品进行重复测量, 并计算测量结果之间的差异。较小的差异表示光谱仪具有较高的可重复性。引入质控样品, 即已知浓度的样品, 进行测试, 通过与质控样品的对比分析, 可以评估光谱仪的准确性和精确度。

三、气相分子光谱法在水质监测中的优势和限制

1. 气相分子光谱法在水质监测中的优势

气相分子光谱法作为一种快速、非破坏性的分析方法, 在水质监测中具有多项优势, 使其成为广泛应用的分析技术。

气相分子光谱法具有高灵敏度。通过选择合适的光源、优化仪器设置和样品制备过程, 可以获得高灵敏度的分析结果。这意味着在低浓度的情况下, 仍然能够检测到目标分析物, 提供准确的测量结果^[5]。相比于传统的化学分析方法, 气相分子光谱法的灵敏度更高, 可以满足对水质监测中微量污染物的检测需求。同时, 气相分子光谱法具有快速分析的优势。相对于传统的化学分析方法, 气相分子光谱法不需要复杂的样品预处理步骤, 可以直接对水样进行分析。这样可以大大减少分析时间, 提高分析效率, 满足水质监测对快速响应的要求。此外, 气相分子光谱法的自动化程度高, 可以实现高通量的样品分析, 进一步提高分析速度和效率。气相分子光谱法还具有多组分分析的能力。水样中通常含有多种污染物和溶解物质, 而气相分子光谱法可以同时检测多种组分。通过光谱数据的获取和分析, 可以获得多个目标分析物的浓度信息, 提供全面的水质分析结果。这种多组分

析的能力使得气相分子光谱法成为一种高效、综合评估水质的工具。

此外, 气相分子光谱法具有非破坏性的特点。在分析过程中, 样品不受损坏或改变, 可以保留样品的原始特性和组分信息。这对于后续的分析 and 样品留存具有重要意义。非破坏性的特点使得气相分子光谱法可以在分析过程中反复使用同一样品, 避免了样品的浪费和损失。气相分子光谱法在操作简便性方面也具有优势。相比于传统的化学分析方法, 气相分子光谱法不需要复杂的试剂和实验操作, 操作简便, 技术门槛较低。这使得它成为许多实验室和水质监测机构的首选方法。操作简便的特点不仅提高了分析的效率, 也降低了实验操作的难度, 减少了人为因素对分析结果的影响。

气相分子光谱法在水质监测中具有高灵敏度、快速分析、多组分分析、非破坏性和操作简便性等一系列优势。这些优势使得气相分子光谱法成为一种广泛应用的水质监测技术, 为保护水资源、评估水环境质量提供了重要的手段和支持。

2. 气相分子光谱法在水质监测中的限制

尽管气相分子光谱法在水质监测中具有许多优势, 但也存在一些限制和挑战, 需要在实际应用中予以考虑。

一方面, 气相分子光谱法对样品的制备要求较高。为了获得准确的分析结果, 样品的制备过程需要遵循严格的操作规程, 并确保样品的代表性和一致性。对于复杂的水样, 如含有大量悬浮颗粒物或胶体物质的样品, 需要进行前处理步骤, 如过滤或沉淀, 以消除颗粒物对分析结果的影响。这增加了实验的复杂性和分析的时间成本。另一方面, 气相分子光谱法对仪器的稳定性和准确性要求较高。在光谱仪器的选择和设置过程中, 需要确保仪器具有稳定的光源、准确的波长校准和灵敏的检测器。任何仪器的漂移或不稳定性都会影响分析结果的准确性和可重复性。因此, 定期的仪器校准和维护是保证分析结果可靠性的重要环节。此外, 气相分子光谱法在某些特定的水质分析场景中可能存在应用限制。例如, 在高浓度的背景干扰下, 目标分析物的信号可能会被掩盖或混杂, 导致分析结果的准确性受到影响。此外, 某些化学物质可能具有复杂的光谱特性, 需要进一步的方法优化和仪器选择。另外, 气相分子光谱法的应用范围主要集中在溶液样品和气体样品的分析, 对于固体样品的分析相对有限。在分析固体样品时, 需要进行样品的溶解或提取, 这可能导致目标分析物的丢失或变化。而且, 气相分子光谱法标准曲线建立和校准过程需要使

用一系列已知浓度的标准溶液。这意味着在分析过程中需要有一定的标准物质和仪器的标定曲线，增加了分析的复杂性和成本。

因此，虽然气相分子光谱法在水质监测中具有许多优势，但也面临样品制备、仪器稳定性和应用范围等方面的限制。在实际应用中，需要综合考虑这些限制因素，并根据具体分析要求和样品特性选择合适的方法和策略，以获得可靠和准确的水质监测结果。

四、结束语

气相分子光谱法在水中硝酸盐氮分析中显示出巨大的潜力。该方法具有高灵敏度、快速分析、非破坏性和多组分分析的优势，能够有效解决传统方法存在的局限性。然而，复杂基质影响以及标准品和校准曲线的建立仍然是该方法的挑战。未来的研究应重点关注这些问题，并探索进一步优化气相分子光谱法在水质分析领域的应用。总体而言，气相分子光谱法为水中硝酸盐氮的

准确测量提供了一种可行的新途径，并具备广泛的发展前景。

参考文献：

- [1]郭晋君, 田渭花, 薛婷等.水中硝酸盐氮不同测定方法的适宜性研究[J].分析仪器, 2022(06): 45-49.
- [2]崔婉莹.气相色谱-质谱法检测全血中的亚硝酸根和硝酸根[D].中国人民公安大学, 2022.
- [3]王晶晶.关于测定水中亚硝酸盐氮、硝酸盐氮、总氮的方法探讨[J].水资源开发与管理, 2022, 8(02): 45-48.
- [4]乔茜茜, 廖爽, 雷静等.紫外在线消解-气相分子吸收光谱法测定水中硝酸盐氮和总氮的研究[J].化纤与纺织技术, 2021, 50(11): 88-90.
- [5]陈莹, 白昕, 王伟华等.气相分子吸收光谱法测定水中硝酸盐氮[J].中国无机分析化学, 2023, 13(04): 330-334.