

实验室总磷测定过程中空白值控制的关键措施研究

胡海洋 郑豪盈

中国南水北调集团中线有限公司渠首分公司水质监测中心（实验室） 河南 南阳 473000

【摘要】：总磷分析空白值异常是制约检测质量的重要瓶颈，尤其对于低浓度水样测定更具挑战性。当前空白控制存在技术痛点，亟需建立标准化控制流程。优化关键措施，系统考察各环节对空白值的贡献率，形成可推广的空白值控制技术方案。基于此，以下对实验室总磷测定过程中空白值控制的关键措施进行了探讨，以供参考。

【关键词】：实验室总磷测定过程；空白值控制；关键措施；研究

DOI:10.12417/2811-0528.25.20.058

引言

实验室总磷测定中空白值的精准控制直接影响数据可靠性，其波动主要源于多个因素干扰。传统方法往往忽略系统误差积累，导致测定结果出现系统性偏差。针对关键干扰源，探索建立全过程质量控制体系，为提升水质监测数据准确性提供方法学支撑。

1 实验室总磷测定过程中空白值控制的基本原则

实验室总磷测定过程中空白值控制需要遵循系统性、预防性和精准性原则，从实验全过程建立质量控制体系。系统性原则要求对试剂选择、器皿处理、消解条件和比色过程等各环节进行统一规范，确保实验条件的稳定性和可重复性。预防性原则强调通过预先评估可能的污染源和干扰因素，采取相应的预防措施，如使用高纯度试剂、严格清洗实验器皿、控制实验室环境等，从源头减少空白值的波动。精准性原则体现在采用标准化的操作流程和质量控制手段，如平行样测定、质控样分析和方法比对等，确保实验结果的准确性和可靠性。同时还需要考虑实验条件的优化和调整，如消解温度和时间、显色条件和测量参数的标准化，以最大程度降低空白值对测定结果的影响。这些原则的贯彻实施需要建立完善的质量控制体系，包括人员培训、设备维护和环境监控等方面，确保实验过程的可控性和结果的可比性。

2 实验室总磷测定空白值控制效果

2.1 空白值稳定性提升

通过实施系统性的空白值控制措施，实验过程中空白值的波动范围得到显著缩小，不同批次测定结果的重复性明显改善，这主要得益于对实验条件的严格规范化管理。采用高纯度的实验试剂和严格的水质控制，有效降低了试剂本底对测定结果的影响。标准化的器皿清洗程序和专用的实验耗材使用，减少了交叉污染的风险。优化后的消解过程参数设置和稳定的比色条件，确保了分析系统的稳定性。实验室环境的温湿度控制

和洁净度管理，为测定工作提供了可靠的外部保障。这些措施的综合应用使空白值的变化范围控制在较窄区间，大大提高了测定结果的可靠性和可比性。

2.2 测定结果准确性提升

系统化的空白值控制显著提升了总磷测定结果的准确性，尤其是对低浓度样品的测定效果更为明显。通过消除试剂本底干扰和减少系统误差，测定结果更接近样品的真实含量。优化的质量控制程序能够及时发现并纠正测定过程中的偏差，确保数据的可靠性。标准化的操作流程减少了人为因素的影响，提高了结果的重现性。完善的质控体系包括空白平行测定、质控样分析和加标回收实验等，全方位保障了数据质量。这些改进使得测定结果更加准确可靠，为环境监测和水质评价提供了更科学的数据支持。

2.3 控制方法的成本效益增加

改进后的空白值控制方法在保证数据质量的同时，也提高了实验工作的整体效益。标准化的操作规程和优化的实验条件减少了试剂的浪费和使用量，降低了实验成本。稳定的测定系统减少了重复实验的次数，提高了工作效率。预防性的质量控制措施避免了因数据问题导致的返工，节约了时间和资源。合理的设备配置和耗材管理优化了实验室资源配置，提升了资源利用效率。这些改进使得质量控制工作不再是单纯的成本投入，而成为提升实验室整体效益的重要手段，实现了质量控制与经济效益的平衡发展。

3 实验室总磷测定过程中空白值控制问题分析

3.1 试剂纯度不足问题

试剂纯度对总磷测定空白值的影响最为直接且显著，普通分析纯试剂中常含有微量磷化合物杂质，在高温消解过程中会转化为正磷酸盐导致空白值偏高，特别是硫酸、过硫酸钾等主要试剂中的磷污染会通过消解过程被完全释放，不同品牌、不

同批次的试剂其杂质含量存在明显差异,这给空白值控制带来较大困难,某些氧化剂在储存过程中可能吸收环境中的含磷物质造成污染程度逐渐加重,显色剂中的磷杂质会直接影响比色阶段的吸光度读数,目前市售试剂缺乏统一的磷杂质含量标准使得实验室难以进行有效筛选,部分实验室为节约成本使用低等级试剂更加剧了这一问题,建立严格的试剂验收和储存制度是解决这一问题的关键环节。

3.2 实验用水质量不佳

实验用水的质量直接影响总磷测定的本底值水平,普通蒸馏水和去离子水可能含有微量磷酸盐或有机磷化合物,水处理系统滤膜老化或树脂失效会导致产水质量下降,实验室水管系统中可能滋生含磷微生物污染水源,储水容器材质不当会缓慢释放磷元素污染水质,不同季节自来水水源变化导致预处理效果波动,超纯水系统维护不及时会造成电阻率下降和有机物含量升高,水样储存过程中可能吸收空气中的含磷颗粒物,实验过程中多步骤用水累积的污染效应更为明显,建立定期监测用水质量的制度并配置专用纯水系统是必要措施。

3.3 器皿洁净度不达标

实验器皿的清洁程度是影响空白值的另一重要因素,常规清洗方法难以完全去除器皿表面吸附的磷化合物,玻璃器皿反复使用会产生难以清除的污染物积累,塑料器皿材质本身可能含有磷系添加剂会持续释放,消解管和比色皿残留的试剂会干扰后续测定,不同材质的器皿对磷的吸附特性存在显著差异,器皿存放环境不当可能引入新的污染源,共用器皿造成的交叉污染问题不容忽视,自动清洗设备参数设置不当会导致清洗效果不理想,建立专用的器皿清洗规程和定期更换制度是解决问题的有效途径。

3.4 环境因素干扰情况

实验室环境中的诸多因素都会对空白值产生潜在影响,空气中悬浮的含磷颗粒物可能落入试剂和样品造成污染,实验区域的清洁剂和消毒剂常含有磷成分形成持续污染源,温湿度变化会影响试剂稳定性和反应效率,实验室通风系统可能带入外部污染物,不同季节环境条件变化导致空白值呈现季节性波动,人员操作带来的汗液、化妆品等含磷物质污染,设备运行产生的振动和电磁干扰影响比色系统稳定性,建立环境监测体系 and 标准化的实验室管理制度是控制环境干扰的必要手段。

4 实验室总磷测定过程中空白值控制的关键措施研究

4.1 优化试剂选择与处理

南水北调工程作为国家战略性水资源配置工程,其水质监

测数据的准确性直接关系到调水安全与生态保护,而总磷测定中试剂的选择与处理是控制空白值的关键基础。试剂纯度不足或杂质干扰是导致空白值升高的常见原因,尤其在南水北调实验室中,对试剂的纯净度要求更为严格——任何微量的磷残留都可能被放大为“假性污染”,影响对调水沿线水体真实磷含量的判断。因此,优先选用高纯度、低背景值的分析纯或优级纯试剂是首要原则,例如总磷测定常用的过硫酸钾试剂,需选择经过特殊提纯工艺(如离子交换法或重结晶法)的产品,其磷含量通常低于0.0005%,远优于常规分析纯试剂,能有效减少因试剂本身引入的磷干扰;钼酸盐溶液作为显色剂,也应选择经过预处理的低磷配方,避免因制备过程中原料不纯导致的空白偏高。除试剂纯度外,预处理步骤同样不可忽视。南水北调实验室通常会对关键试剂进行二次处理:例如过硫酸钾在溶解后需通过微孔滤膜(0.45 μm 或更小孔径)过滤,去除可能悬浮的微量颗粒物;钼酸铵溶液配制时采用超纯水定容,并在棕色瓶中避光保存以减缓分解,同时定期检测其空白值稳定性,若发现空白值异常升高则及时更换。

4.2 提升实验用水质量

实验用水是总磷测定中最基础的介质,其纯净度直接影响空白值的高低,尤其在南水北调实验室中,普通蒸馏水或去离子水可能因残留有机物、离子或颗粒物导致空白值异常,无法满足高精度检测需求。南水北调作为跨区域调水工程,其水质监测需对标《地表水环境质量标准》(GB3838-2002)甚至更严格的内部质控要求,因此实验用水必须达到“超纯级”标准——电导率 $\leq 0.055 \mu\text{S/cm}$ (25°C),总有机碳(TOC) $\leq 5\text{ppb}$,且无颗粒物与微生物污染。为实现这一目标,南水北调实验室通常采用“多级净化+终端处理”的用水方案:首先通过石英亚沸蒸馏器制备初级去离子水,去除大部分无机盐与微生物;再经反渗透膜(RO)过滤进一步降低离子含量;最后通过超纯水机(配备终端UF超滤膜与UV紫外消解装置)去除有机物与颗粒物,确保水中磷含量低于0.001mg/L(远低于常规实验室用水标准)。对于直接参与显色反应的关键步骤(如钼酸盐溶液配制、样品消解后定容),需使用当天制备的超纯水,避免因储存导致水质劣化——例如普通塑料容器可能溶出微量有机物,因此超纯水通常储存于经酸洗处理的聚乙烯瓶中,并在48小时内使用完毕。

4.3 规范器皿清洗与保存

实验器皿的洁净度是控制空白值的直接环节,任何残留的磷化合物或洗涤剂都可能成为“隐形污染源”,尤其在南水北调实验室中,器皿曾接触高磷样品或复杂基质时,若清洗不彻底,残留的微量磷会在后续测定中释放,导致空白值异常升高。因此,规范器皿的清洗流程与保存方式是南水北调实验室质控

的关键措施。清洗环节需遵循“分级处理+针对性去污”的原则：对于新购置的玻璃器皿（如比色管、消解瓶），首先用自来水冲洗去除表面粉尘，再用10%硝酸溶液浸泡24小时（硝酸可溶解金属氧化物与微量磷化合物），随后用超纯水冲洗至中性（至少冲洗5次，每次冲洗后需用pH试纸检测无残留酸液）；对于曾测定过高磷样品（如调水区段富营养化水体）的器皿，需延长硝酸浸泡时间至48小时，并增加“铬酸洗液+超声波清洗”步骤——铬酸洗液可分解有机磷残留，超声波则能通过空化效应剥离器皿内壁的微小颗粒，最后用超纯水冲洗至无铬离子（通过二苯碳酰二肼试纸检测无显色）。日常使用的玻璃器皿（如移液管、容量瓶）则采用“去离子水初洗+洗涤剂刷洗+超纯水终洗”的流程，避免使用含磷洗衣粉或洗洁精（普通洗涤剂可能含三聚磷酸钠等磷基成分），改用无磷专用实验室洗涤剂，并确保刷洗后无肉眼可见残留。

4.4 改善实验环境条件

实验环境中的潜在污染是空白值升高的隐性因素，尤其在南水北调实验室中，开放空间的粉尘、人员活动产生的有机物（如皮肤油脂、呼吸颗粒）、通风系统携带的杂质都可能通过空气沉降或接触进入样品与试剂，导致空白值异常。因此，改善实验环境条件是控制空白值的系统性工程，需从空间布局、

操作规范与日常维护多维度入手。实验室选址与布局上，总磷测定区域通常独立设置于洁净度较高的“分析小间”内，与样品前处理区、试剂储存区分隔，避免交叉污染；小间内地面与墙面采用防静电、无尘材料（如环氧树脂地坪、彩钢板），减少粉尘吸附；操作台面选用无缝隙的陶瓷或不锈钢材质，便于清洁且不易残留化学物质。通风系统需配备高效过滤器（HEPA，对0.3 μm颗粒截留率≥99.97%），确保空气经过滤后再进入操作区，同时避免直接吹向器皿与试剂（防止气流扰动扬尘）。人员操作规范方面，进入实验区域前需更换专用洁净工作服（无纤维脱落）、佩戴一次性手套与口罩，避免皮肤油脂与呼吸颗粒污染器皿；取样与加样时使用超净镊子或移液枪，减少手部直接接触；实验过程中关闭门窗与非必要设备（如打印机、手机），降低振动与气流干扰。

5 结语

通过严格规范消解程序、优化显色反应体系及实施全过程质控，可显著降低总磷测定空白值波动。该方法有效解决了低浓度样品测定时的本底干扰问题，为环境监测实验室提供了可行的质量控制路径。未来需进一步探索智能化和标准化技术在空白值控制中的应用潜力。

参考文献：

- [1] 覃如菲.地表水总磷测定的方法研究与实验室质量控制[J].皮革制作与环保科技,2024,5(13):59-60+63.
- [2] 董国庆.实验室总氮测定仪校准方法探讨[J].计量与测试技术,2021,48(05):95-96+101.
- [3] 许金.水体和水样中总磷测定方法及其自动分析仪器的研究与应用[D].厦门大学,2021.
- [4] 杨丽仙,林奕,邓珊珊,杨霖.影响河湖水体总磷测定方法的分析探讨[J].农业灾害研究,2021,11(02):159-160+163.
- [5] 戚爱芹,齐秀兰.污水中总磷测定方法的改进[J].辽宁化工,2020,49(11):1363-1365.
- [6] 吴丹,金小伟,朱红霞,许秀艳,解鑫,刘方,袁懋.地表水总磷测定中现场前处理方式及分析方法比对研究[J].中国环境监测,2020,36(04):123-131.
- [7] 夏莉.水质总磷测定方法的改进与应用[J].河南化工,2020,36(04):51-53.