

# 微波消解预处理测定水和废水中总磷

张效苏, 田文, 邱争

(国家环境保护总局标准样品研究所, 北京 100029)

**摘要:** 提出一种用微波消解技术作为测定水和废水中总磷的预处理方法, 这种消解方法只需 10 min 即可, 比用常规的高温高压消解法节省三分之一时间。用这两种消解法对标样、地表水、海水、生活污水和工业废水样品进行了对比测定, 所得结果经统计检验, 两种方法之间无显著性差异。对微波消解法的精密度和准确度进行了验证。

**关键词:** 总磷; 微波消解; 水和废水

中图分类号: O652.4 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2002)03-0031-02

## Determination of Total Phosphorus in Water and Wastewater by Microwave Digestion Pre-treatment Method

ZHANG Xiaosu, TIAN Wen, QIU Zheng

(Institute of Reference Materials, SEPA, Beijing 100029, China)

**Abstract:** A new method was suggested to determine the total phosphorus in water and wastewater by microwave digestion pre-treatment. The digestion time was only 10 minutes, and reduced 1/3 time compared with traditional method with high temperature and pressure. Test experiment was taken for standard samples, surface water, sea water, sewage and wastewater. There had no significant difference between the two methods. The accuracy and precision of this method was tested.

**Key words:** Total phosphorus; Microwave digestion; Water and wastewater

微波消解技术处理样品是近年来日益受到重视的方法, 已逐渐应用到农业、化学、制药、环境各个领域。微波技术对试样用量和试剂用量均较少, 它可对样品内部直接加热, 能迅速有效地分解试样, 缩短消解时间, 并能大大地降低样品在整个消解中的损失和沾污。今经过研究和实验开发了把微波消解技术用于测定水和废水中总磷的预处理方法。

## 1 实验

### 1.1 主要仪器和试剂

微波消解炉(SMC 微波消解装置), 输出功率 576 W; 聚四氟乙烯密封消解罐, 60 mL。试剂及总磷分析方法均见文献[1]。

### 1.2 操作步骤

#### 1.2.1 微波消解法

准确吸取适量水样(含磷量不超过 30  $\mu\text{g}$ )于聚四氟乙烯密封消解罐中, 加入过硫酸钾溶液 4 mL, 旋紧消解罐密封盖, 放置微波消解炉内(最多可放

12 个消解罐), 定时加热消解 10 min, 冷却转移至 50 mL 具塞比色管中, 加水至 50 mL, 采用钼酸铵分光光度法或钼锑抗分光光度法测定<sup>[1]</sup>, 同时用水做 1 份试剂空白。

#### 1.2.2 高温高压消解法

水样预处理按文献[1]进行, 消解液采用钼酸铵分光光度法测定<sup>[1]</sup>。

## 2 结果与讨论

### 2.1 对比实验

采用微波消解技术和常规的高温高压消解法, 同时对国家标准 GSBZ50033-94-4220607<sup>#</sup> 总磷标准样品(保证值 0.204 mg/L  $\pm$  0.009 mg/L, 以下简称 07<sup>#</sup> 标样)、陶然亭湖水、渤海海水、纱布厂印染废水、酱油厂食品废水和居民生活污水进行了对比实验, 结果见表 1。

收稿日期: 2001-11-19; 修订日期: 2002-03-15

作者简介: 张效苏(1946-), 女, 河北阳原人, 高级工程师, 大学, 从事环境标准参考物质研制工作。

表 1 两种消解方法的对比实验结果

样品类型	高温高压消解法		微波消解法	
	$x$ $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	加标回收率 /%	$x$ $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	加标回收率 /%
07# 标样	0.207	101.3	0.203	99.4
湖水	0.023	95.5	0.021	97.5
海水	0.036	—	0.036	—
印染废水	1.43	92.3	1.44	102.5
食品废水 <sup>①</sup>	426	94.2	476	104.6
生活污水	—	—	1.22	97.4

①经消解后稀释 50 倍测定。

表 1 结果表明, 用微波消解法与常规的高温高压消解法处理总磷标准样、天然水、废水所得结果, 经统计检验, 两种方法之间无显著性差异。

### 2.2 精密度、准确度及回收率

用微波消解法预处理总磷标准样品(07# 标样), 4 组测定均值均在标准样品保证值范围内, 回收率在 98.5% ~ 103.4% 之间, 相对标准差在 1.4% 以内, 见表 2。

表 2 微波消解法测定总磷标准样品

测定序号	微波消解法		
	测定均值 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	相对标准差 /%	回收率 /%
1	0.201	1.4	98.5
2	0.203	0.5	99.5
3	0.211	0.9	103.4
4	0.203	0.5	99.5

### 3 结语

微波消解法预处理环境标准样及不同类型水质样品所测结果具有较好的精密度和准确度。它与常规高温高压消解法的测定结果具有可比性, 且操作简便、快速省时, 是一种值得推广的样品预处理方法。

[参考文献]

- [1] 国家环保局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 第 3 版, 北京: 中国环境科学出版社, 1989. 281 - 285.

(上接第 28 页)

表 4 糙米( $y$ )与土壤( $x$ )中污染物含量回归分析结果

项目	回归方程	相关系数显著性检验				结论
		样本数	相关系数	$t$ 值	$t_{0.05}$ 值	
铜	$y = 0.1044x + 1.43$	16	0.600	2.806	2.145	显著性相关
铬	$y = 0.087x - 0.373$	16	0.541	2.407	2.145	显著性相关
铅	$y = 0.119x - 0.022$	16	0.448	1.875	2.145	相关不显著
锌	$y = 0.0858x + 12.3$	16	0.335	1.412	2.145	相关不显著
锰	$y = 0.026x + 11.06$	16	0.274	1.066	2.145	相关不显著

由表 4 可见, 糙米中重金属砷、汞和镉都未检出; 重金属铜、铬、铅、锌和锰含量与相应土壤中的铜、铬、铅、锌、锰含量成正相关关系。铜、铬的含量与土壤中铜、铬含量呈显著性相关关系, 铅、锌、锰等含量与土壤中铅、锌、锰含量相关关系不显著。

### 3 结论

(1) 重金属含量在水稻中的分布是: 根 > 茎叶 > 籽粒。作物根系在向上输送营养时, 对重金属元素产生明显的截留作用。水稻籽粒对重金属的吸收特点因其元素不同而差异较大, 重金属元素被水稻糙米吸收的程度分别为: 砷 < 镉 < 汞 < 铅 < 锰 < 铬 < 铜 < 锌。

(2) 在糙米中检出的重金属铜、铬、铅、锌和锰的含量与土壤铜、铬、铅、锌和锰的含量成正相关关系。铜、铬的含量与土壤中铜、铬的含量呈显著性

相关关系, 铅、锌、锰的含量与土壤中铅、锌和锰的含量相关关系不显著。

[参考文献]

- [1] 国家环保局. 空气和废气监测分析方法[M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1990.
- [2] 国家进出口商品检验局. 中华人民共和国进出口商品检验标准汇编(食品卫生类及粮油食品类)[M]. 北京: 中国标准出版社, 1990.
- [3] GB 3095-1996, 环境空气质量标准[S].
- [4] GHZB 1-1999, 地表水环境质量标准[S].
- [5] GB 5084-92, 农田灌溉水质标准[S].
- [6] GB 15618-1995, 土壤环境质量标准[S].
- [7] NY/T 271-95, 绿色食品标准(菜豆标准)[S].
- [8] 王新, 吴燕玉. 不同作物对重金属复合污染物吸收特性的研究[J]. 农业环境保护, 1998, 17(5): 193-196.
- [9] 王晓蓉. 环境化学[M]. 南京: 南京大学出版社, 1998. 225

本栏目责任编辑 李文峻