

流动注射光度法测定水中磷

李俊, 刘芳, 华桂珍

(上海市环境监测中心, 上海 200030)

摘要: 水样经不同的预处理, 在酸性条件下, 正磷酸盐和钼酸铵反应形成磷酸钼螯合物, 加入氯化亚锡还原为钼, 并呈现蓝色, 用流动注射仪于 700 nm 波长处分别测定总磷、溶解性正磷酸盐和总溶解性磷。流动注射法简化了测定步骤, 提高了分析速度, 灵敏度高, 重复性好, 测定结果与国家标准方法相比, 具有较高的相关性, 能满足水和废水中磷的分析。

关键词: 光度法; 流动注射法; 总磷; 正磷酸盐; 总溶解性磷

中图分类号: O657.32 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2004)05-0027-02

To Detect P in Water with Flow Injection Photometry

LI Jun, LIU Fang, HUA Gui-zhen

(Shanghai Environmental Monitoring Center, Shanghai, 200030, China)

Abstract: After pre-treated, under the acid condition, orthophosphate was reacted with ammonium molybdate to get chelate. To plus SnCl_2 , it became blue. With flow injector, in 700 nm, to detect TP, dissolved orthophosphate and total dissolved P. This method was simple, fast and sensitive. The detection value had good correlation with the detection value with state standard methods, it can be used to detect P in water and wastewater.

Key words: Photometry; Flow injection; TP; Orthophosphate; Total dissolved P

天然水和废水中的磷几乎以各种磷酸盐的形式存在, 其中正磷酸盐, 缩合磷酸盐(焦磷酸盐、偏磷酸盐、多磷酸盐)和有机结合的磷酸盐, 多存在于溶液、腐殖质粒子或水生生物中^[1]。水样经过滤和消解预处理后, 可用分光光度法测定, 一般分析时间较长, 不适宜大批量样品测定。今采用流动注射法测定水中磷取得了较满意的结果。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

PE-300 流动注射分析仪。去离子水, 二级, (C_1); 0.005 mol/L 硫酸, (C_2); 试剂 1 (R_1): 称取 $(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 5 g 于 500 mL 容量瓶中, 加入去离子水 300 mL, 不断振荡, 再加入浓 H_2SO_4 17.5 mL, 用水稀释至刻度线, 在 5 °C 下可保存两个月; 试剂 2 (R_2): 取浓 H_2SO_4 慢慢加到 150 mL 去离子水中, 边搅拌边冷却, 再加 $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.07 g 和 $(\text{NH}_2\text{OH}) \cdot \text{HCl}$ 0.5 g, 待溶解后, 置于 250 mL 容量瓶中, 稀释至刻度线, 现用现配; 100 mg/L 磷标准储

备液: 称取 KH_2PO_4 (事先于 110 °C 烘 2 h) 0.439 3 g 溶于水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度线; 10.0 mg/L 磷标准使用液: 稀释 100 mg/L 磷标准储备液。

1.2 试验方法

1.2.1 水样预处理

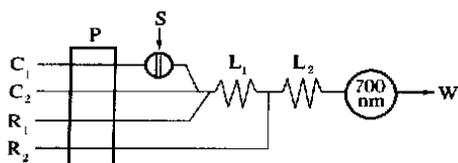
水样经 0.45 μm 滤膜过滤, 滤液供可溶性正磷酸盐测定。滤液经氧化剂过硫酸钾消解, 测可溶性总磷。取混合水样(包括悬浮物), 经氧化剂过硫酸钾消解, 测水中总磷。空白样和标准溶液系列也需经相同的消解处理。

1.2.2 测定

流动注射测试流程图见图 1。

收稿日期: 2003-06-16 修订日期: 2004-06-08

作者简介: 李俊(1968-), 男, 山东济南人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。



P——蠕动泵; S——进样阀; L_1 和 L_2 为反应管; 波长 700 nm;
W——废液。

图 1 流动注射流程

流动注射仪取样时间 20 s, 测定频率 100 次/h。

吸取磷标准使用液配制成 0.0 mg/L ~ 1.0 mg/L 系列标准溶液, 消解后按上述方法操作测得吸光值绘制标准曲线。待测水样测得吸光值, 由标准曲线求得磷的含量。在测试 10 个 ~ 20 个样品后, 需用标准参考溶液检查标准曲线, 必要时, 得重新绘制标准曲线。

2 结果与讨论

2.1 流量条件选择

经实验确定, 载流 C_1 、 C_2 , 试剂 R_1 、 R_2 流量分别为 2.0 mL/min, 0.55 mL/min, 1.0 mL/min, 0.55 mL/min 吸光值达到最大。

2.2 标准曲线和精密度

该方法在 0.0 mg/L ~ 1.0 mg/L 范围内有良好的线性关系, γ 值在 0.999 5 ~ 0.999 9 之间。取 0.30 mg/L 磷溶液平行测定 9 次, 相对标准差为

1.7%; 取 1.0 mg/L 磷溶液平行测定 9 次, 相对标准差为 1.8%。

2.3 检测限

以空白实验值作检测限, 为 0.02 mg/L。

2.4 干扰

硝酸盐可形成砷钼螯合物, 但在流动注射系统中, 它们生成很慢, 故干扰极小(0.1 mg/L 砷所给出的信号相当于 0.03 mg/L 磷)。硅酸盐只有在 0.5 mg/L 硅时才产生干扰。

2.5 加标回收率

在 0.306 mg/L ~ 0.511 mg/L 范围, 向其中加入一定量的磷标准溶液(含磷 0.50 mg) 进行回收实验, 测得回收率在 96% ~ 104% 之间。

2.6 准确度

对国家环保总局标准物质研究所总磷标准参考物质(0.50 mg/L \pm 0.02 mg/L) 和可溶性正磷酸盐标准参考物质(0.462 mg/L \pm 0.016 mg/L) 进行测定, 测得值分别为 0.50 mg/L 和 0.460 mg/L, 均在其保证值范围内, 表明该方法准确可靠。

实验表明, 流动注射光度法测定水中磷, 准确性好, 灵敏度高, 干扰少, 操作快速简便, 适合大批量样品的分析。

[参考文献]

- [1] 国家环境保护局《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 4 版, 北京: 中国环境科学出版社, 2002 243 ~ 248.

• 简讯 •

2004 年上半年江苏省环境质量状况

2004 年上半年, 江苏省 13 个省辖市中, 连云港和宿迁两市空气质量达到国家空气质量二极标准, 其余各市均超标, 可吸入颗粒物是影响城市空气质量的首要污染物。与去年同期相比, 全省城市空气质量总体状况略有好转, 主要污染物可吸入颗粒物平均浓度下降了 8%, 二氧化氮平均浓度下降了 3%, 但二氧化硫平均浓度上升了 12%。13 个省辖市市区饮用水取水总量为 7.68 亿 m^3 , 其中超标水量为 2.16 亿 m^3 , 超标率为 28.1%。江苏省长江干流水质相对较好, 总体水质为 II 类, 干流 11 个断面水质均符合功能要求; 25 条主要入江河流的 29 个控制断面中, 16 个断面水质符合功能要求, 达标率 55.2%。受总氮影响, 太湖湖体除东部沿岸区外, 其余各湖区水质均劣于 V 类, 全湖平均处于中富营养水平; 环湖主要河流 20 个出入湖控制断面中, 有 5 个断面高锰酸盐指数、氨氮和总磷三项指标均符合 2005 年水质目标要求, 达标率为 25%; 45 个行政交界断面中, 达到 2005 年水质目标的断面有 10 个, 达标率为 22.2%。江苏省淮河流域 45 个国家考核断面中, 有 27 个断面水质达标, 达标率为 60%, 其中南水北调东线 13 个断面中有 5 个断面达到地表水 III 类标准, 达标率为 38.5%。与去年同期相比, 淮河流域与长江入江河流水质控制断面达标率分别上升了 3.2 个和 3.5 个百分点; 太湖流域控制断面水质达标率则有所下降, 20 个出入湖控制断面和 45 个行政交界断面水质达标率分别下降了 20 个和 2.2 个百分点, 但 11 个省界断面水质达标率上升了 9.1 个百分点。

摘自江苏省环境监测中心《环境监测工作通讯》2004 年第 7 期