

# 高浓度总磷测定方法的改进

金中华

(灌云县环境监测站,江苏 灌云 222200)

中图分类号: X832

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2005)03-0037-01

测定总磷时,取样量过多(含磷量超过  $30 \mu\text{g}$ ),会使测定结果超出测定方法的灵敏度。解决办法是减少取样量重新消解,费时、费事,不利于批量样品连续测定。现改为将水样显色后,再用经过相同处理的空白溶液稀释,可取得满意结果。

## 1 实验

仪器、试剂及实验方法均按《水和废水监测分析方法》(第四版)钼酸抗分光光度法。

### 1.1 校准曲线绘制

于两组 50 mL 具塞比色管中,分别加入 6.0 mg/L 和 2.0 mg/L 磷酸盐标准使用液 0.0 mL ~ 15.0 mL,加水至标线,加入 100 g/L 抗坏血酸溶液 1 mL,混匀,30 s 后,再加入钼酸盐溶液 2 mL,充分混匀,放置 15 min 显色。然后前者(6.0 mg/L)用 3 倍空白溶液稀释,后者(2.0 mg/L)不经稀释,测定吸光值。

### 1.2 样品测定

经预处理水样,分别以少取水样稀释后显色和水样显色后再用空白溶液定量稀释(两者均稀释 3 倍,后者不能超过 3 倍,否则影响测定准确度),然后按标准曲线绘制步骤操作。

## 2 结果与讨论

### 2.1 灵敏度和线性关系

分别绘制 4 条标准曲线,前 3 条曲线采用经 3 倍空白溶液稀释后的吸光值绘制(简称改进法),第 4 条曲线按第四版的方法绘制(简称常规法),结果见表 1。

由表 1 可见,前 3 条曲线回归方程的各参数与第 4 条曲线结果比较,均符合要求。

### 2.2 准确度和精密性

用改进法和常规法测定 3.0 mg/L 标准样品,结果见表 2。

表 1 4 条校准曲线的灵敏度和线性关系

校准曲线	截距	斜率	相关系数
曲线 1	-0.002	0.028 6	0.999 8
曲线 2	-0.004	0.028 7	0.999 9
曲线 3	-0.003	0.028 7	0.999 9
曲线 4	-0.002	0.028 7	0.999 9

表 2 两种方法的测定结果 ( $n=7$ )

方法	平均值 /( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ )	RSD /%
常规法	2.97	3.7
改进法	2.96	3.0

### 2.3 方法比较

分别用改进法和常规法同时测定磷肥厂排放口水样,结果见表 3。

表 3 两种方法测定废水中总磷对比 ( $n=6$ )

水样 编号	常规法 /( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ )	改进法 /( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ )	相对误差 /%
1	4.89	4.96	$\pm 1.4$
2	4.76	4.84	$\pm 1.6$
3	5.08	5.20	$\pm 2.4$
4	4.82	4.73	$\pm 1.9$
5	4.97	4.89	$\pm 1.6$
6	4.24	4.36	$\pm 2.8$

从表 3 可见,两种方法的测定结果基本一致,相对误差  $< 3.0\%$ ,  $t$  检验结果也表明它们之间无显著性差异。

## 3 结论

改进法灵敏度、线性关系、相对误差均符合规范要求,该法测定高浓度总磷水样,可缩短分析时间。

收稿日期: 2004-09-21; 修订日期: 2005-03-23

作者简介: 金中华(1958—),男,江苏灌云人,工程师,大学,从事环境监测工作。