

联合测定水中总磷和总氮

李 飞, 王 丽

(南通市环境监测站, 江苏 南通 226300)

摘 要:《水和废水监测分析方法》(第 4 版)中,总磷和总氮两项测定都需数小时以上的前处理过程。由于消化条件对测试结果的影响较大,故每次样品测试必须同时做标准曲线。若两个项目分别测定,不仅耗时耗力,又因所采样品保存时间较短,需在 24 h 内测定,一个人同时承担这两个项目有点难于应付。今采用同时消化总磷和总氮,在所有试剂和条件与消化总氮的条件相同的情况下,节省一半的时间和试剂,其结果不论是标准曲线、精密度、准确度均符合质量要求,对提高工作效率具有实际应用意义。

关键词:联合测定;总磷;总氮

中图分类号:O657.32

文献标识码:B

文章编号:1006-2009(2004)05-0029-02

Combined Determination of TP and TN in Water

LI Fei, WANG Li

(Tongzhou Environmental Monitoring Station, Nantong, Jiangsu 226300, China)

Abstract: According to Water Wastewater Monitoring Analysis Method (4th edition), there must have a pre-treatment process to detect TP and TN. So it must draw standard curve. If to detect TP and TN respectively, the cost was high. If to digest TP and TN in the same time, the time and reagent cost was half than before in time of all reagent condition and digest condition were same. The detection result was good, either in standard curve or in accuracy.

Key words: Combined determination; TP; TN

《水和废水监测分析方法》(第 4 版)(简称《4 版》)^[1]测定总磷、总氮方法规定,空白、样品、绘制校准曲线的标准溶液都必须经过消解,整个过程从样品制备—消解—冷却需 5 个小时以上,若分别消解,对于一个人承担该两项分析工作有一定的困难。今通过对该两项目的保存条件及消解方法进行了一系列比较试验,发现可以采取联合消解,实验证明可行,取得了较好的效果。

1 实验

1.1 主要仪器和试剂

TU-1900 双光束紫外可见分光光度计;压力锅。碱性过硫酸钾溶液,100 g/L 抗坏血酸溶液,钼酸盐溶液均按文献[1];氮、磷混合标准溶液:每升溶液中含氮 20.0 μg,含磷 5.0 μg。

1.2 实验方法

分别吸取适量待测水样和氮磷混合标准溶液

0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 和 6.0 mL 于 50 mL 具塞比色管中,用无氨水稀释至 25 mL。加入碱性过硫酸钾溶液 5 mL,塞紧磨口塞,用纱布及棉绳扎紧管塞,以防迸溅。将比色管置于压力锅中,加热,放气使压力指针为零。然后升温至 120 开始计时,使比色管在过热水蒸气中加热 0.5 h。自然冷却,开阀放气移去外盖,取出比色管并冷至室温。用无氨水稀释至 50 mL,取 25 mL 溶液至 25 mL 比色管中,加入 1.2 mol/L 盐酸 1 mL,用 10 mm 石英比色皿以零浓度作参比在紫外分光光度计上,于 220 nm 及 275 nm 波长处测定吸光值,按 $A = A_{220} - 2A_{275}$ 绘制校准曲线及求出样品中总氮测定结果。

用无氨水稀释余下的 25 mL 溶液至刻度,加入

收稿日期:2004-03-30;修订日期:2004-08-22

作者简介:李 飞(1969—),女,江苏睢宁人,工程师,学士,从事环境监测工作。

100 g/L 抗坏血酸溶液 1 mL,混匀,30 s 后加钼酸盐溶液 2 mL 充分混匀,放置 15 min,用 10 mm 比色皿,以零浓度为参比,于 700 nm 波长处,测定吸光值,绘制校准曲线及求出样品中总磷测定结果。

2 结果与讨论

2.1 校准曲线

两种方法测定总磷、总氮校准曲线各参数值见表 1。

表 1 两种方法测定总磷、总氮校准曲线各参数值比较

总 磷						总 氮									
4 版方法 ^[1]			联合测定法			4 版方法 ^[1]			联合测定法						
空白吸光值 A_0	截距 a	斜率 b	空白吸光值 A_0	截距 a	斜率 b	空白吸光值 A_0	截距 a	斜率 b	空白吸光值 A_0	截距 a	斜率 b				
0.012	- 0.003	0.031	0.999 7	0.010	- 0.001	0.030	0.999 7	0.027	0.003	0.010	0.999 8	0.028	0.003	0.010	0.999 5
0.012	0.001	0.032	0.999 6	0.008	0.001	0.031	0.999 8	0.029	- 0.001	0.010	0.999 9	0.027	0.002	0.010	0.999 9
0.013	0.003	0.0230	0.999 2	0.010	0.003	0.031	0.999 2	0.027	0.003	0.010	0.999 9	0.028	0.000	0.010	0.999 7
0.010	0.000	0.032	0.999 9	0.012	0.001	0.032	0.999 6	0.032	0.000	0.010	0.999 7	0.030	- 0.001	0.010	0.999 8
0.014	0.000	0.031	0.999 8	0.006	- 0.003	0.033	0.999 8	0.030	0.000	0.010	0.999 5	0.030	- 0.001	0.010	0.999 8
0.012	0.000	0.031	0.999 6	0.009	0.000	0.031	0.999 6	0.029	0.001	0.010	0.999 8	0.029	0.001	0.010	0.999 7

为 5 次均值。

从表 1 分析结果可以看出,两种方法绘制校准曲线所得参数值均较为一致。

2.2 精密度

对不同含量的总磷总氮标液作平行测定,结果列表 2。

表 2 精密度 ($n = 8$)

总 磷			总 氮		
含量 $m/\mu\text{g}$	吸光值	相对标准差/ %	含量 $m/\mu\text{g}$	吸光值	相对标准差/ %
1.25	0.035 ~ 0.040	1.1	5.0	0.049 ~ 0.052	1.9
2.50	0.074 ~ 0.080	2.5	10.0	0.098 ~ 0.103	1.0
5.00	0.150 ~ 0.160	1.9	20.0	0.196 ~ 0.205	1.0
10.0	0.299 ~ 0.328	0.9	40.0	0.391 ~ 0.411	0.7
15.0	0.449 ~ 0.494	1.1	60.0	0.584 ~ 0.617	0.8

由表 2 可见,不同含量样品的 8 次测定结果的相对标准差均 2.5 %,精密度较好。

2.3 准确度

用联合测定法测定中国环境监测总站配制的总磷、总氮标准样品,结果见表 3。

表 3 联合测定法测定总磷、总氮标准样品的结果 ($n = 4$) mg/L

总 磷		总 氮	
测定均值	标样给定值	测定均值	标样给定值
0.086	0.084 ± 0.009	1.11	1.14 ± 0.14
0.200	0.200 ± 0.012	0.344	0.344 ± 0.012
0.306	0.306 ± 0.014	-	-
1.07	1.07 ± 0.019	-	-

由表 3 可见,标准样品的测定值均在其给定值范围内,回收率在 95 % ~ 102 % 之间,准确度较好。

综上所述,联合测定法完全能符合《4 版》方法^[1]所规定的各项技术质量要求,又省时省力还减少了工作量,特别是对测定大批量样品更具有实际意义。

[参考文献]

- [1] 国家环境保护总局《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. 247, 255.