

便携式分光光度计在地表水环境应急监测中的适用性分析

金福杰

(辽宁省环境监测实验中心, 辽宁 沈阳 110161)

摘要:考察了便携式分光光度计对地表水中化学需氧量(COD)、氨氮($\text{NH}_3 - \text{N}$)、氟化物(F^-)、总磷(TP)和六价铬(Cr^{6+})的应急监测的适用性。对方法精密度和准确度进行测定,并将便携式方法与实验室方法的测定结果进行比对。结果表明,方法精密度的2.3%~7.4%,标准样品除 Cr^{6+} 外,其他均在保证值范围内;加标回收率为86.0%~110%,2种方法比对的相对偏差为2.9%~6.4%。该方法精密度和准确度良好,可以较好地应用于地表水环境应急监测中。

关键词:便携式分光光度计;地表水;应急监测

中图分类号:O657.3;X853

文献标志码:B

文章编号:1674-6732(2018)03-0033-03

Applicability Analysis of Portable Spectrophotometer in Emergency Monitoring of Surface Water Environment

JIN Fu-jie

(Liaoning Provincial Environmental Monitoring Experiment Center, Shenyang, Liaoning 110161, China)

Abstract: This study investigated the applicability of portable Spectrophotometer for emergency monitoring of COD, $\text{NH}_3 - \text{N}$, F^- , TP and Cr^{6+} in surface water. The method accuracy and method precision have been tested. The results obtained from the portable method and the laboratory method have been compared. The results showed that the precision values ranged from 2.3% to 7.4%. The test results of standard samples were all acceptable except for Cr^{6+} . Standard addition recovery rate were in the range from 86.0% to 110%, the relative deviations between the two methods were from 2.9% to 6.4%. The portable method showed good precision and accuracy, it can be applied to the emergency monitoring of surface water environment.

Key words: Portable Spectrophotometer; Surface water; Emergency monitoring

突发环境事件由于其突发性、公共性、危害性、多变性及多样性等特点,短时间内会对生态环境状况、人类生命健康及社会公共财产造成严重损害^[1]。在突发环境污染事故中,从样品采集到实验室分析结束,需要较长时间,不能及时为政府和有关部门提供处置依据。因此,便携式测定仪器在现场监测中显得尤为重要^[2]。王超等^[3]开展了环境应急监测方法测定水中化学需氧量(COD)的研究,孙仓等^[4]利用便携式测汞仪监测地表水中的汞,李进才^[5]和梁永津等^[6]分别利用便携式重金属测定仪监测地表水中的铅、镉和铊,曹宇峰等^[7]利用多参数水质测试仪对水温、盐度、pH值和溶解氧等海域环境基础监测项目进行了应急监测,徐巧艳等^[8]应用自制便携分析仪对城市河流水质进行快速检测。

现应用便携式分光光度计,对地表水中的COD、氨氮($\text{NH}_3 - \text{N}$)、氟化物(F^-)、总磷(TP)和六价铬(Cr^{6+})5项指标进行测试,考察其精密度的、准确度和实际样品加标回收率,并和实验室分析结果进行比对。

1 实验部分

1.1 仪器及试剂

仪器:哈希 DR 2800 可见光谱分光光度计。

试剂:COD(TNT管,货号:2038225); $\text{NH}_3 - \text{N}$ (低量程 Test' N Tube管,Ammonia Salicylate试剂)

收稿日期:2018-02-22;修订日期:2018-03-12

作者简介:金福杰(1974—),男,高级工程师,硕士,从事污染源监测、环境应急监测、环境监测管理工作。

包, Ammonia Cyanurate 试剂包, 货号: 2604545); F^- (SPADNS 试剂溶液, 货号: 44449); TP (Test' N Tube 管, Potassium Persulfate 试剂粉包, PhosVer 3 试剂粉包, 货号: 2742645); Cr^{6+} (Chromaver 试剂包, 货号: 1271099)。试剂均从哈希公司购买。

1.2 样品及测试项目

样品分别来自 2 条河流的地表水。第一条为较清洁河流, 其水样测试项目为 COD、 NH_3-N 和 F^- ; 第二条河流上游有一污水排口, 其水样测试项目为 TP 和 Cr^{6+} 。

1.3 实验操作

COD: 于 TNT 管中加入 2.0 mL 水样, 轻轻摇匀, 在消解器上以 160 ℃ 消解 20 min, 取出冷却, 用 420 nm 波长比色测定, 同时做空白实验。

NH_3-N : 于 Test' N Tube 管中加入 2.0 mL 水样, 分别加入 Ammonia Salicylate 试剂包和 Ammonia Cyanurate 试剂包, 摇匀溶解, 静置 20 min, 用 655 nm 波长比色测定, 同时用无氨水做空白实验。

F^- : 取 10.0 mL 水样于比色杯中, 加入 2.0 mL SPADNS 试剂溶液, 摇匀, 静置 1 min 后用 580 nm 波长比色测定, 同时做空白实验。

TP: 于 Test' N Tube 管中加入 5.0 mL 水样, 加入 Potassium Persulfate 试剂粉包, 盖紧盖子摇匀, 插入 DBR 200 消解器以 150 ℃ 消解 30 min, 冷却至室温, 再加入 2.0 mL 氢氧化钠溶液 (1.54 mol/L), 上下颠倒混匀, 校准零点, 然后加入 PhosVer 3 试剂粉包, 加塞, 摇晃 20 ~ 30 s, 静置 2 min, 用 880 nm 波长比色测定, 同时做空白实验。

Cr^{6+} : 取 10.0 mL 水样于比色杯中, 加入 Chromaver 试剂包, 混合均匀, 静置 5 min 后用 540 nm 波长比色测定, 同时做实际样品空白实验。

2 结果与讨论

2.1 精密度测定

利用便携式分光光度计对 2 条河流地表水实际样品分别进行 6 次平行测定, 计算相对标准偏差 (表 1)。结果表明, 5 项指标的相对标准偏差 (RSD) 为 2.3% ~ 7.4%, 精密度良好。

2.2 准确度测定

2.2.1 标准样品测定

利用便携式分光光度计测定 COD、 NH_3-N 、 F^- 、TP 和 Cr^{6+} 标准样品, 每个样品平行测定 6 次, 计算平均值和相对误差 (表 2)。结果表明, COD、

NH_3-N 、 F^- 和 TP 标准样品测定结果在保证值范围内, 相对误差较小; Cr^{6+} 测定结果超出保证值上限, 但偏离不大, 相对误差 6.2%。

表 1 实际样品精密度测定结果					mg/L	
项目	COD	NH ₃ - N	F ⁻	TP	Cr ⁶⁺	
测定值	1	14	1.04	0.51	0.63	0.016
	2	17	1.04	0.49	0.65	0.017
	3	16	0.99	0.49	0.68	0.015
	4	16	0.96	0.52	0.64	0.016
	5	17	1.02	0.50	0.65	0.014
	6	16	1.01	0.50	0.65	0.017
平均值	16	1.01	0.50	0.65	0.016	
标准偏差	1.10	0.031	0.012	0.017	0.001 2	
RSD/%	6.8	3.1	2.3	2.6	7.4	

表 2 标准样品相对误差测定结果 ^①					mg/L	
项目	COD	NH ₃ - N	F ⁻	TP	Cr ⁶⁺	
测定值	1	37	0.66	2.48	1.06	0.068
	2	40	0.67	2.42	1.10	0.067
	3	42	0.70	2.36	1.06	0.071
	4	40	0.68	2.38	1.09	0.070
	5	42	0.67	2.44	1.12	0.069
	6	43	0.71	2.45	1.10	0.070
平均值	41	0.68	2.42	1.09	0.069	
相对误差/%	4.1	-3.3	0.8	3.8	6.2	

① COD、 NH_3-N 、 F^- 、TP 和 Cr^{6+} 保证值分别为 39.4 ± 2.5 , 0.703 ± 0.033 , 2.40 ± 0.14 , 1.05 ± 0.06 , $0.065 0 \pm 0.003 1$ mg/L。

2.2.2 加标回收率测定

利用便携式分光光度计对实际样品的 5 项指标进行加标回收率测定, 平行测定 4 次 (表 3)。5 项指标的加标回收率分别为 105%, 86.0%, 94.0%, 106% 和 110%, 加标回收率良好, 结果较为准确。

表 3 实际样品加标回收率测定结果				
项目	测量值/(mg · L ⁻¹)		ρ (加标)/(mg · L ⁻¹)	加标回收率/%
	加标前	加标后		
COD	18	39	20	105
NH_3-N	1.27	2.13	1.00	86.0
F^-	0.50	0.97	0.50	94.0
TP	0.64	1.17	0.50	106
Cr^{6+}	0.013	0.123	0.100	110

2.3 不同测定方法结果比对

利用便携式仪器快速测定方法和现行实验室标

准分析方法对实际样品分别进行 6 次平行测定,5 项指标测试结果的相对偏差分别为 3.0%、2.9%、6.4%、3.2% 和 6.2% (表 4)。利用快速测定方法测定上述几项指标的时间为 5 ~ 40 min,而应用实验室标准分析方法测定上述指标的时间为 40 ~ 150 min(如果包含实验室取送样的时间,则更长)。

表 4 实际样品的测定结果比对										mg/L
项目	COD		NH ₃ - N		F ⁻		TP		Cr ⁶⁺	
	便携式方法	实验室方法	便携式方法	实验室方法	便携式方法	实验室方法	便携式方法	实验室方法	便携式方法	实验室方法
1	14	18	2.59	2.37	0.51	0.43	0.63	0.63	0.042	0.038
2	17	17	2.56	2.38	0.49	0.44	0.65	0.60	0.044	0.039
3	16	17	2.46	2.35	0.49	0.43	0.68	0.61	0.045	0.038
4	16	16	2.42	2.32	0.52	0.43	0.64	0.60	0.047	0.037
5	17	18	2.56	2.34	0.50	0.44	0.65	0.59	0.041	0.039
6	16	17	2.39	2.41	0.50	0.45	0.65	0.61	0.041	0.038
平均值	16	17	2.50	2.36	0.50	0.44	0.65	0.61	0.043	0.038
相对偏差/%	3.0		2.9		6.4		3.2		6.2	

3 结论和建议

应用便携分光光度计对地表水中的 COD、NH₃ - N、F⁻、TP 和 Cr⁶⁺ 进行精密度和准确度测定。结果表明,便携式测定方法精密度和准确度较好,具有便于携带、分析速度快、操作简单等优点,能够基本满足地表水应急监测的需要,尤其适用于突发环境事件造成的水体污染应急监测。限于人力和时间因素,仅对地表水 5 项指标做了测试分析,建议进一步加强其他相关污染物的适用性研究,建立一套准确、可靠、完整的现场应急监测方法体系,为及时、快速、科学地开展应急监测提供技术保障。

[参考文献]

[1] 陈丹青,王清华,赵淑莉,等. 突发性流域水污染应急监测的

质量控制[J]. 环境监控与预警,2011,3(6):16-22.
[2] 廖伟. 环境应急监测主要技术与方法探讨[J]. 化工管理, 2015(14):130.
[3] 王超,张培锋,高国富. 环境应急监测方法测定水中化学需氧量的研究[J]. 环境科技,2014,27(4):55-59.
[4] 孙仓,卢雁,刘畅. 便携式测汞仪应急监测地表水中的汞[J]. 环境保护科学,2014,40(2):104-106.
[5] 李进才. 便携式重金属测定仪应急监测地表水中的铅和镉[J]. 广西科学院学报,2011,27(2):88-89,92.
[6] 梁永津,杜韶娴,张荧,等. 便携式重金属测定仪应急监测地表水中的痕量铊[J]. 化学试剂,2014,36(8):734-736,760.
[7] 曹宇峰,蓝虹,黄央央. 多参数水质测试仪在海洋环境污染应急监测中的应用[J]. 海洋开发与管理,2017(8):62-64.
[8] 徐巧艳,赵友全,房彦军. 应用自制便携分析仪快速检测城市河流水质[J]. 分析试验室,2014,33(12):1472-1475.

· 简讯 ·

丹麦绿色发展经验：“零碳”并非童话

科技日报消息 全面实现遏制气候变化的《巴黎协定》承诺,对任何一个签约国都意味着不可推卸的责任与义务。中国作为与美国和欧盟并列的三大能源消耗体,在建设“美丽中国”特别是能源转型之路上如何向前奔跑,更是受到世界各国关注,也是政府制定应对策略的重中之重。就在 10 日的博鳌论坛上,中国领导人提出,“加强气候变化、环境保护、节能减排等领域交流合作,共享经验、共赢挑战,不断开拓生产发展、生活富裕、生态良好的文明发展道路,为我们的子孙后代留下蓝天碧海、绿水青山。”这一观点得到了丹麦全球领先的能效解决方案提供商丹佛斯集团中国区总裁司徒嘉德的高度赞扬。他说:“丹佛斯的业务与中国政府发展目标高度契合,上一年度我们在中国实现业绩 30% 高效增长,就是得益于中国近几年来推出的一系列应对气候变化、污染治理等可持续发展计划和政策。”

在北欧五国中,以“零碳”为目标的丹麦绿色发展模式,已经率先实现了经济增长与碳排放和能耗的脱钩。丹麦政府表示,到 2050 年达到“碳中和”目标。其中,哥本哈根将于 2025 年建成全球第一个零碳首都;丹麦第二大城市奥胡斯 2030 年实现碳中和;南部森纳堡地区致力于 2029 年建成零碳社区。丹麦政府一直把发展创新节能技术和可再生能源技术作为发展的根本动力。“能效”已经成为丹麦工业创新的最大驱动力和实实在在的利润增长点。国际能源署将能效称为“第一能源”,而节流也是丹麦二次能源革命的关键词,这理应是 中国可持续发展的重要着眼点和落脚点。

摘自 www. hbt. jiangsu. gov. cn 2018 - 04 - 23