

跨界水体联合监测中总磷测定的问题探讨

陆慧慧, 彭燕

(常州市环境监测中心, 江苏 常州 213000)

摘要:研究了不同分析方法、去浊度手段和预处理方式对地表水总磷测定的影响。结果表明:钼酸铵分光光度法在跨界水体联合监测中较连续流动分析法、氯化亚锡还原光度法、孔雀绿-磷钼杂多酸分光光度法更为适用;在水样没有色度的情况下,采用浊度-色度补偿法和离心法都能有效消除浊度干扰,相对误差 $< \pm 10\%$;预处理方式的不同是导致各监测单位测定结果可比性差的最关键因素。

关键词:总磷;分析方法;浊度;预处理方式

中图分类号:X832;O613.62

文件标识码: B

文章编号:1674-6732(2017)01-0035-03

Discussions on Determination of Total Phosphorus in Associated Cross-border Water Quality Monitoring

LU Hui-hui, PENG Yan

(Changzhou Environmental Monitoring Center, Changzhou, Jiangsu 213000, China)

Abstract: The effects of different analysis methods for removing turbidity and sample pretreatments on the determination of total phosphorus in surface water were studied. The results showed that ammonium molybdate spectrophotometry was more suitable than continuous flow analysis method, stannous chloride reductive spectrophotometry and PMA-Malachite green spectrophotometry in associated cross-border water quality monitoring. When the chromaticity of water samples did not exist, turbidity-chromaticity compensation and centrifugation could effectively remove the turbidity interference with relative error of less than $\pm 10\%$. Differences of pretreatment methods directly influenced the testing result of total phosphorus, which was the most important factor resulting in poor comparability of determination results between monitoring institutions.

Key words: Total phosphorus; Analysis methods; Turbidity; Sample pretreatments

在天然水和废水中,磷以各种形态存在。总磷是指正磷酸盐、缩合磷酸盐和有机磷的总和^[1]。水体中磷含量过高会导致藻类过度繁殖、水体溶解氧下降、透明度降低、水质变坏^[2-3]。因此在水质监测中把总磷作为重要的监测项目和水质评价指标。根据《跨界(省界、市界)水体水质联合监测实施方案》进行跨界断面监测时,发现存在双方环境监测部门总磷监测结果可比性较差的问题。李晓等^[4]指出样品采集后自然沉降时间不一致是导致分析结果差异较大的重要原因,娄保锋等^[5]的研究结果表明,浑样、澄清样和清样总磷浓度监测值之间存在显著差别,但都未系统探讨可比性差的因素。

现对水样采用不同的预处理方式、去浊度手段及分析方法进行比对监测,从而为各实验室选择合

适的前处理及分析方法提供依据。

1 实验部分

1.1 主要仪器

AA3连续流动分析仪(德国BRAN+LUEBBE公司),7230G型可见分光光度计(上海分析仪器厂)、YXQ-SG46-280S手提式压力蒸汽灭菌器(上海博讯实业有限公司医疗设备厂),TDL-5A台式离心机(上海菲恰尔分析仪器有限公司)。

1.2 主要试剂

10%抗坏血酸,5%过硫酸钾,钼酸盐溶液,磷标准使用液(2 mg/L,临用现配),浊度-色度补偿

收稿日期:2016-09-29;修订日期:2016-10-10

作者简介:陆慧慧(1984—),女,工程师,硕士,主要从事环境监测分析工作。

液((1+1)硫酸和10%抗坏血酸按照体积比2:1混合而成,当天配制),氯化亚锡溶液,1.12%孔雀绿溶液,1%聚乙烯醇溶液,磷酸盐磷溶液标准物质(GSD07-1270-2000,500 mg/L,环保部标样所),实验用水均为去离子水。

1.3 样品预处理

采集不同河水样品,分别采用4种不同预处理方式对同一水样进行预处理。预处理一:静置18 h取上清液;预处理二:采样现场将水样摇匀后,静置30 min,将不含沉降性固体但含有悬浮性固体的水样移入盛样容器并加入保存剂,实验室内将水样混

匀取水样^[6];预处理三:水样混匀静置30 min后,取上层部分;预处理四:水样混匀后取样。

1.4 测定方法

钼酸铵分光光度法^[7],连续流动分析法^[8],氯化亚锡还原光度法^[9],孔雀绿-磷钼杂多酸分光光度法^[1]。

2 结果与讨论

2.1 4种分析方法的比对测定

选取对应水样浊度最大的预处理方式四对水样进行预处理后测定总磷,分析结果见表1。

表1 4种方法测定地表水中总磷结果比较

水样	钼酸铵分光光度法 (经浊度-色度补偿)	连续流动分析法	氯化亚锡还原光度法	孔雀绿-磷钼杂多酸 分光光度法
1	0.155	0.147	0.150	0.151
2	0.120	0.100	0.118	0.117
3	0.355	0.344	0.358	0.341
4	0.208	0.186	显色后褪色	0.212
5	0.116	0.102	0.112	0.109

由表1可见,混匀后的水样用连续流动分析法测定的结果较用浊度-色度补偿过的钼酸铵分光光度法结果偏低,可能是连续流动分析法取样量少,未完全取到较大颗粒物所致,而颗粒物包含着有机磷和无机磷^[10],直接影响到总磷的测定结果。而采用氯化亚锡还原光度法测定部分水样时出现显色后褪色的情况,导致显色不稳定无法准确测定,孔雀绿-磷钼杂多酸分光光度法最高测定浓度值为0.341 mg/L,只适合测定环境水样的微量磷,

对于高浓度的水样只能取微量体积水样,使样品缺乏代表性,因此在跨界水体联合监测中钼酸铵分光光度法更为适用。

2.2 不同去浊度方式对水质测定结果的影响

同一水样分别采取预处理三和四的方式进行处理后,各取3份,一份不进行浊度-色度补偿,一份进行浊度-色度补偿,一份消解显色15 min后离心10 min,然后统一采用钼酸铵分光光度法进行测定,所得结果见表2。

表2 浊度-色度补偿与离心法去浊度分析结果对比

去浊度方式	预处理四					预处理三				
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
无浊度-色度补偿	0.160	0.281	0.421	0.272	0.152	0.131	0.222	0.369	0.219	0.129
浊度-色度补偿	0.123	0.230	0.342	0.211	0.121	0.110	0.158	0.290	0.167	0.107
离心法	0.114	0.231	0.352	0.207	0.111	0.100	0.143	0.278	0.158	0.112
相对误差 ^① /%	-7.3	0.4	2.9	-1.9	8.3	9.1	-9.5	-4.1	-5.4	4.7

①浊度-色度补偿与离心法进行比较。

由表2可见,采用浊度-色度补偿和离心法都能有效消除浊度干扰,测定结果相对误差 < ±10%,当水样有色度干扰时,应选择浊度-色度补偿法去除干扰^[11]。

2.3 不同预处理方式对水质测定结果的影响

同一断面水样,按1.3中4种预处理方式进行

处理,采取浊度-色度补偿来消除浊度干扰,钼酸铵分光光度法测定,所得结果见表3。

由表3可见,不同预处理方式对总磷测定结果影响显著,随着预处理方法1到4所取水样颗粒物浓度的逐渐升高,总磷测定结果逐渐增大,补偿前后的测定结果差值也逐渐增大,即浊度逐渐加大,

经浊度-色度补偿后总磷的测定结果也逐渐升高,说明颗粒物中的磷含量对水中总磷的贡献很大。

相比分析方法和去浊度方式,预处理方式的不同才是决定总磷测定结果的最关键因素。

表3 不同预处理方式下的总磷测定结果

mg/L

预处理方式	水样1		水样2		水样3		水样4		水样5	
	未补偿	补偿								
预处理一	0.123	0.106	0.201	0.181	0.162	0.140	0.311	0.286	0.267	0.248
预处理二	0.139	0.110	0.225	0.196	0.187	0.159	0.338	0.306	0.290	0.263
预处理三	0.175	0.136	0.269	0.224	0.225	0.175	0.380	0.327	0.335	0.285
预处理四	0.243	0.187	0.356	0.290	0.303	0.232	0.450	0.377	0.407	0.332

3 结语

在同一断面的同步监测中,分析方法、去浊度方式以及预处理方式的不同均是导致各单位总磷测定结果可比性差的原因。在跨界水体总磷联合监测中钼酸铵分光光度法最为适用;采用浊度-色度补偿法和离心法都能消除浊度的干扰,但是在水样有色度时,只能采用浊度-色度补偿法;预处理方式的不同是导致测定结果可比性不强的最主要原因,颗粒物浓度差异直接影响总磷测定的结果。

[参考文献]

[1] 国家环境保护总局. 水和废水监测分析方法[M]. 4版. 北京:中国环境科学出版社,2006.

[2] 郑晓红. 水中总磷监测分析方法研究[J]. 仪器仪表与分析监测,2007(4):1-4.

[3] 王亚超,徐恒省,王国祥,等. 氮、磷等环境因子对太湖微囊藻与水华鱼腥藻生长的影响[J]. 环境监控与预警,2013,5

(1):7-10.

[4] 李晓,罗财红,张筑元,等. 地表水样品自然沉降时间对总磷测定结果的影响分析[J]. 中国环境监测,2005,21(2):22-23.

[5] 姜保峰,臧小平,洪一平,等. 水样不同处理方式对总磷监测值的影响[J]. 环境科学学报,2006,26(8):1393-1399.

[6] 国家环境保护总局. 地表水和污水监测技术规范:HJ/T 91-2002[S]. 北京:中国环境科学出版社,2002.

[7] 国家环境保护总局. 水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法:GB 11893-89[S]. 北京:中国标准出版社,1989.

[8] 环境保护部. 水质 磷酸盐和总磷的测定 连续流动-钼酸铵分光光度法:HJ 670-2013[S]. 北京:中国环境科学出版社,2013.

[9] 国家环境保护总局. 水和废水监测分析方法[M]. 3版. 北京:中国环境科学出版社,1989.

[10] 黄敏. 泥沙对总磷的吸附与释放研究及总磷含量预测[D]. 重庆:重庆交通大学,2009.

[11] 夏文文,钟声,郁建桥. 浊度对不同型号总磷自动监测分析仪的影响[J]. 环境监控与预警,2015,7(4):28-30.

· 简讯 ·

江苏省环保厅召开《江苏省土壤污染防治工作方案》解读通气会

近日,江苏省人民政府印发《江苏省土壤污染防治工作方案》。2017年1月4日下午,省环保厅召开新闻通气会,江苏省环境科学研究院土壤环境研究所所长、研究员级高级工程师王水,对《方案》进行了详细解读。

江苏“土十条”出台背景 国务院于2016年5月28日印发了《土壤污染防治行动计划》,明确了当前和今后一个时期我国土壤污染防治工作的行动纲领。为切实加强我省土壤污染防治工作,根据国务院要求,立足江苏省情和土壤污染防治实际需要,省政府制定了《江苏省土壤污染防治工作方案》,提出了我省土壤污染防治工作的目标、任务和措施。

江苏“土十条”的作用和意义 土好才能粮好,土安方能居安。江苏“土十条”的出台,是江苏省委、省政府深入推进生态文明建设,系统开展污染治理的又一重大举措。

主要目标和措施 总体目标是,到2020年,全省土壤环境质量总体保持稳定,农用地和建设用地土壤环境安全得到基本保障,土壤环境风险得到基本管控。到2030年,全省土壤环境质量稳中向好,农用地和建设用地土壤环境安全得到有效保障,土壤环境风险得到全面管控。到本世纪中叶,土壤环境质量全面改善,生态系统实现良性循环。

主要举措包括十个方面 一是摸底数。即开展土壤污染调查。二是防新增。即严控新增土壤污染。三是控来源。即严格管控现有污染源。四是安全用。即加强农用地安全利用。五是防风险。即实施建设用地准入管理。六是减存量。即逐步开展治理与修复。七是严执法。即推进法律法规标准体系建设。八是强科技。即加强科技研发。九是共参与。即发挥政府主导作用。十是严考核。即强化责任落实,严格责任追究。

摘自 www.jshb.gov.cn 2017-01-05