

ICP-AES直接测定污水中的总磷

磷的污染主要来源于农药、化肥、洗涤剂 and 活性炭等行业的废水，大量磷的存在加速了水体富营养化、一部分还未降解的有机磷在生物降解的过程中消耗了水中的 DO，使水质恶化。

污水中磷的主要分析方法有离子色谱法、钼锑抗分光光度法和氯化亚锡还原光度法等。离子色谱法存在检出限过高的缺陷，两种分光光度法具有灵敏度高的优点，因此，最常被采用，但该方法也存在着高压消解、进行浊度补偿、试剂需求种类多、容易引起二次污染、线性范围窄、干扰成分复杂等不足之处。采用 ICP-AES法直接测定污水中的总磷，具有线性范围宽、便捷、快速、准确等优点。

1 分析方法

1.1 仪器与试剂

RI S/AP全谱直读等离子光谱仪（美国 TJA 公司）；CID 电荷注入式检测器；Digital 486 计算机。

仪器最佳工作条件为：

功率 /W	频率 /MHz	雾化器压力 (×10 ⁵) /Pa	积分时间 /s	冷却气 /l• min ⁻¹	辅助气 /l• min ⁻¹	提升量 /ml• min ⁻¹
1350	27.12	1.66	低波：20、高波：5	14	0.5	1.48

去离子水 (电阻率 > 10MΩ• cm⁻¹，20℃)；HCl(GR)；HNO₃(GR)；HCD₄(AR)；磷酸盐标液 (50.0μg• ml⁻¹，以 P 计)：将优级纯磷酸二氢钾于 110℃干燥 2h，在干燥器中放冷。称取 0.2197g 溶于水，移入 1000ml 容量瓶，加入 (1+1)的盐酸 10ml 用去离子水定容。

1.2 实验步骤

取 25ml 冰样置于 150ml 锥形瓶中，投入数粒玻璃珠，加入 2ml 硝酸，在电热板上加热浓缩至 10ml 冷却。加入 3ml 硝酸，再加热浓缩至 10ml 冷却。加入 0.5ml 高氯酸，加热至冒白烟取下，冷却。加入 1ml 盐酸 (1+1)和 5ml 去离子水，微热溶解，冷却过滤，用去离子水少量多次洗涤，定容于 25ml 容量瓶。

分别移取 0.00、0.10、0.50、1.00、2.00、5.00、10.00 和 20.00ml 标准溶液置于锥形瓶中，添加去离子水至 25ml 按上述方法处理后定容于 25ml 容量瓶中，校准曲线浓度系列分别为：0.00、0.20、1.00、2.00、4.00、10.00、20.00 和 40.00mg• l⁻¹。

2 雾化压力的选择

在其它条件不变的情况下，随雾化压力的增大，谱线强度有所下降。为延长磷在通道中的电离和激发时间，提高分析灵敏度，选取 1.66×10⁵Pa 较低雾化压力。

3 入射功率的影响

磷的 213.6nm 谱线在各分析线中发射强度最大，且无其它谱线的干扰，故选为分析线。

磷 213.6nm 谱线随入射功率的增大，其信噪比有所下降。由于磷的激发能较高，故选取入射功率为 1350W，以确保磷能被充分激发，同时又具有较佳的信噪比。

4 提升量的影响

实验表明，提升量低于 1.48ml• min⁻¹时，谱线强度随提升量的增加而增强。当大于 1.48ml• min⁻¹时，磷的谱线的强度基本保持不变，故选择提升量为 1.48ml• min⁻¹。

5 元素的线性范围

校准曲线的线性方程为 y= 0.0486+ 8.1652x，r= 0.9998，表明磷的 213.6nm 谱线在 0—40 mg• l⁻¹的浓度范围具有良好的线性。

6 元素干扰

实验结果表明，当样品中存在 300.0mg• l⁻¹K 和 Na、40.0mg• l⁻¹Ca、20.0mg• l⁻¹Mg、10mg• l⁻¹Cu 和 Fe、1mg• l⁻¹Pb、Cd 和 Ni 时，对低于 40mg• l⁻¹磷测定的相对误差小于 2%。

7 方法的检出限、精密度

在给定的仪器工作条件下，对空白溶液及曲线低标溶液各进行 10次测定，计算其标准偏差。

$$DEL = (3 \times Stdv \times M N_{con}) / Net \ intensity$$

式中，DEL为检出限；Stdv为空白的标准偏差；M N_{con}为曲线低点的浓度值；Net intensity为曲线低点的谱线强度与空白样强度之差。

经计算，检出限为 0.02mg• L⁻¹。

精密度以电化口废水 (1) 及其加标样品进行 10次测定，RSD 分别为 1.03% 和 1.48%。

8 方法的准确度

以中国环境监测总站标样 (203924号) 进行 10次测定，其结果 (均值) 为 0.618mg• L⁻¹，在推荐值 0.634±0.028 mg• L⁻¹置信区间范围内。

为了验证该方法的可靠性，我们进行了加标回收实验，元素的回收率都在 92.5%—106.0% 之间。通过 10次平行测定，RSD 分别为 1.03%—1.48% 之间，说明本法具有较好的准确度和精密度，符合分析要求。样品回收率的测定结果见表 1。

表 1 样品回收率的测定

样品	测定液已知量 /μg	标准加入量 /μg	加标后测定值 /μg	回收率 %
淀粉厂污水 (c)	18.23	2.00	20.17	97.0
淀粉厂污水 (d)	5.16	2.00	7.08	96.0
电化口废水 (e)	13.72	2.00	15.84	106
电化口废水 (f)	9.84	2.00	11.69	92.5

9 与比色法的比较

由表 2可知，ICP-AES与钼锑抗比色法的测定结果基本一致。由于钼锑抗比色法的线性范围较窄，对浓度高于 6 mg• L⁻¹的水样的测定至少必须先进行一次测定后，方可确定较适宜的稀释倍数。而 ICP-AES线性范围宽，直接取样，便可进行样品的测定。

表 2 两种方法比较 P(mg• L⁻¹)

分析方法	淀粉厂污水 (1)	淀粉厂污水 (2)	电化口废水 (1)	电化口废水 (2)
ICP-AES	1.59	16.06	13.18	14.64
钼锑抗比色法	1.54	16.48	13.59	14.22

综上所述，采用 ICP-AES测定污水中的磷，水样不必消解，直接进样测定。适当提高入射功率，降低雾化压力，能确保磷被充分激发。另外，样品的介质应尽可能采用盐酸或硝酸，以降低试液的粘滞性，提高雾化效率。本法可用于各种污水中总磷的测定。

游宗保 供稿
(福建三明市环境监测站，三明，365000)