

间隔流动分析法测定水中总磷

陈慧玲¹ 黄倩羽² 许欣欣¹ 毛丽莎¹ 朱舟¹

1. 深圳市疾病预防控制中心, 广东 深圳 518055, 2. 北京大学深圳医院

摘要 目的 建立 ALIANCE FUTURA 水质间隔流动注射分析仪测定水中总磷的分析方法。**方法** 仪器进样器自动进样, 并将样品于密闭的管路中通过分析模块发生完全的化学反应后, 进入流动检测池进行光度检测, 由数据处理系统自动处理分析数据。**结果** 在 0-1.20 mg/L 线性区间内该方法具有良好的线性关系, 较高的精密度和准确度。其检出限低, 与国标法相比, 无显著性差异。**结论** 与 GB 11893—89 钼酸铵分光光度法相比, 该法具有提高工作效率及**结果准确性**等优点. 可应用于大批量水样分析。

关键词: 间隔流动分析仪; 水样; 总磷; 钼酸铵

Subject Detecting the total phosphorus in water using the Aliance futura water interval flow injection analyzer.

Author CHEN Hui-ling, HUANG Qian-Yu, XU Xin-xin, MAO Li-sha, ZHU Zhou,

Abstract: Objective Establish the method of detecting the total phosphorus in water using the Aliance futura water interval flow injection analyzer. **Methods** Instrument sampler inject automatically, and the sample in airtight pipeline occurs chemical reaction completely through analyzing module, Enter flow detection pool for spectrophotometric detection, **finally** the data processing system give analysis data. **Results** The method has good linear relationship , higher precision and accuracy at 0-1.20 mg/L linear interval, Its detection limit is low, comparing with the Chinese standard, no significant differences. **Conclusion** Comparing with the GB 11893 -- 89 Ammonium molybdate spectrophotometric method, the method has some advantage for enhancing work efficiency and accuracy, etc. **The method** can be used in large sample analysis.

Key words: water interval flow injection analyzer; water; total phosphorus; ammonium molybdate

总磷是指水体中各种形态的磷的总量, 是反映水体受污染程度和湖库水体富营养化程度的

重要指标之一。水体中含磷量的增加，使水体中的浮游生物和藻类大量繁殖而消耗水中的溶解氧，从而加速湖库水体的富营养化。农田施肥、畜禽粪便和作物秸秆、洗衣粉中的磷酸盐等，已成为我国农村面源磷污染的主要来源，对环境和人类健康造成的危害备受关注^[1~6]。因此准确测定水体中的总磷含量非常重要。目前，我国常用的分析方法是钼酸铵分光光度法(GB11893—89)^[7]。但该方法在测定过程中，不仅费时、费力，而且稳定性较差，温度难控制，也带有安全隐患，其准确度难以掌控。考虑到实际工作的需要，本次研究初步探讨了用ALIANCE公司生产的FUTURA间隔流动分析仪测定水源水中的总氮，可以实现自动化在线检测，并自动处理分析数据，不仅节省了大量的时间、提高工作效率，而且避免人工操作的不确定因素，提高结果的准确性。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 ALIANCE FUTURA 水质间隔流动注射仪，总磷方法模块，880nm 波长下比色检测，自动进样器，蠕动泵，数据处理器。

1.1.2 盛装标准液和水样的试管为仪器公司提供的 5ml 聚乙烯管，用 1:1 硝酸浸泡 12h 以上，用纯净水洗干净。

1.1.3 所有试剂均为分析纯或以上，试剂均用 18.2K Ω .cm 的超纯水配制。

作者简介：陈慧玲（1981-），女，广东人，本科学历，主管技师，主要从事水质、食品卫生检验工作。

1.1.4 R₁ 溶液：溶解 21.25ml 浓硫酸（95-97%）于 300ml 去离子水中，再溶解 1.5gK₂S₂O₈，冷却至室温后定容至 500ml。

1.1.5 R₂ 溶液：溶解 30g NaOH 于 300ml 去离子水中，再加 5ml 试剂 R₃，定容至 500ml。

1.1.6 R₃ 溶液：溶解 1g 十二烷基磺酸钠于去离子水中，定容至 1L。

1.1.7 R₄ 溶液：小心将 10ml 硫酸（95%–97%）缓慢倒入 150ml 的蒸馏水中，溶解 1.2g 四水钼酸铵，冷却至室温加蒸馏水定容至 250ml。4℃ 保存，可稳定三周。

1.1.8 R₅ 溶液：溶解 4.5g 抗坏血酸于去离子水中，定容至 250ml。冷藏保存 3 周。

1.2 方法

1.2.1 方法原理：样品经过消解后，在酸性条件下，钼酸铵与正磷酸盐反应，在酒石酸锑钾存在下生成磷钼酸，由于有抗坏血酸的存在，立刻被抗坏血酸还原，生成蓝色的络合物，在 880nm 波长处测定。

1.2.2 方法步骤

1.2.2.1 标准曲线制备：取磷酸二氢根标准溶液（GBW(E)080435），以磷计配成适应浓度的中间溶液，再稀释为 0.000，0.04，0.08，0.24，0.40，0.80，1.20mg/L 的标准使用液。

1.2.2.2 仪器参数：清洗时间 60Sec；进样时间 60Sec；起始有效峰值 0.040 OD 值；高度拒绝 0.40 OD 值；数据处理:CFM V2 软件。

1.2.2.3 连接好实验仪器。接通所有仪器及电脑电源，联机激活分析方法，编写方法参数及自动运行程序。待仪器稳定后，将试剂管路放入试剂中，运行至基线稳定，将标准系列及样品放置相应位置，启动自动运行程序，仪器便开始自动取样和进行数据处理。

1.2.2.4 结果计算：根据样品及标准系列的吸光度值，由仪器数据处理系统直接得到样品溶液中总磷的质量浓度。

2 结果与分析

2.1.1 标准曲线及检出限

对总磷的标准系列进行分析，其结果见表 1

表 1 总磷的标准曲线

标准系列	1	2	3	4	5	6	7
理论浓度	0	0.04	0.08	0.24	0.40	0.80	1.20
实际浓度	0	0.033	0.083	0.236	0.405	0.798	1.202

2.2 精密度测定

取 0.200mg/L 的标准溶液进行 6 次平行测定，结果见表 2。

表 2 精密度试验

溶液浓度 (mg/L)	测定值 (mg/L)						平均值 (mg/L)	RSD (%)
0.200	0.191	0.204	0.179	0.204	0.191	0.204	0.195	5.

2.3 加标回收率测定 2.4 方法比较

结果见表，两种方法经配对 t 检验，结果无显著性差异（ $p>0.05$ ）。

表两种方法比对试验

	溶液浓度 mg/L	仪器法测定 mg/L	国标手工法测定 mg/L
1	0.04	0.04	0.04
2	0.20	0.19	0.18
3	0.80	0.78	0.77

3. 结论

ALIANCE FUTURA 间隔流动分析仪测定水中总磷，相对标准偏差为 5.18%；平均回收率在 94%–97%之间，具有较高的精密度和准确性，与国标方法比较，无显著性差异，符合 GB11893-89，可用于水中总磷含量的测定。我们还尝试在不同的温度、湿度下进行同一实验，其检测结果无明显差异，由此可见，本方法具有对可变试验因素的抗干扰能力，当测定温度、湿度发生细小变动时，具有一定的保持测定结果不受影响的承受程度。

参考文献

- [1] You Y Y, Jin W B, Xiong Q X, et al. *Proced EnvironSci*, 201213: 1781.
- [2] Molina-Navarro E, Martínez-Pérez S, Sastre-Merlín A, et al. *J Environ Manag*, 2011, 92 (3) : 773.
- [3] Ma X, Li Y, Zhang M, et al. *Sci Total Environ*, 2011, 412: 154.
- [4] Liu C, Kroeze C. *Ecolog Indicators*, 2012, 18: 42.
- [5] Han H Y, LI K Q, Wang X L, et al. *Mar Pollut Bull*, 2011, 63 (5 ~ 12) : 262.
- [6] Edwards A C, Withers P J A. *J Hydrol*, 2008, 350 (3~ 4) : 144.
- [7] GB11893-89 , 水质总磷的测定钼酸铵分光光度法 [S] .