

ICP-AES摄谱法测定河流湖泊底泥中总磷

贾利

水利部淮河水利委员会水环境监测中心, 安徽蚌埠, 233001

摘要 本文探讨了用ICP-AES法测定河流、湖泊底泥中的总磷。使用 $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ 分解试样, 将底泥中的聚合磷酸盐和有机磷全部转化为正磷酸盐, 在 $\text{P I } 255.3\text{nm}$ 波长下测其发射强度, 2%的 HClO_4 介质中测定范围为2—5000 $\mu\text{g/ml}$ 的P。

关键词 总磷 ICP-AES摄谱法

总磷是水环境质量评价的重要指标之一^[1], 是藻类生长的必需营养元素。但P含量过高, 可造成藻类过度繁殖, 导致富营养化。近年来由于人类活动的影响, 使水环境中P含量剧增, 已成为污染环境和破坏生态平衡的一种严重污染物质。目前, 对总磷的测定主要有磷钼蓝比色、磷钒钼黄比色等分光光度法^[2]。采用ICP-AES法测定P, 具有干扰小, 动态范围宽的优点, 但由于仪器昂贵尚不普及, 故报道甚少。本文采用 $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ 分解试样, 用ICP-AES摄谱法测定 $\text{P I } 255.3\text{nm}$ 的发射强度, 在2%的 HClO_4 介质中测定范围为2—5000 $\mu\text{g/ml}$ 。该方法简单、准确、快速, 能满足底泥、土壤中总磷的测定需要。已用于洪泽湖底泥中总磷的测定。

实验部分

一、仪器工作条件及试剂

1. 仪器 ICP-D型等离子体发生器(保定电子设备厂), 振荡功率3.5kW, 频率 $31 \pm 4\text{MHz}$, 工作线圈2匝, 内径25mm, WP_1 一米平面光栅摄谱仪(北京第二光学仪器厂), 9W型测微光度计(上海光学仪器厂)。

2. 工作条件 阳极电流0.80A, 观测高度15mm, 狭缝 $15\mu\text{m}$, 载气压力 1.5kg/cm^2 ,

等离子气流量 13.3L/min , 辅助气流量 0.5L/min , 天津Ⅲ型相板 20°C 显影3min。

3. 试剂 P标准储备液 称取4.390g于 110°C 烘2h的分析纯 KH_2PO_4 , 溶于水并移入1000ml容量瓶中, 用水定容配成含P为1000 $\mu\text{g/ml}$ 的储备液。

基体溶液 分别取各种标准溶液配成含Fe 400 $\mu\text{g/ml}$, Al、Ca 200 $\mu\text{g/ml}$, Na、Mg 100 $\mu\text{g/ml}$ 的混合基体溶液(2% HClO_4 介质)。

二、分析步骤

1. 标准系列配制 分别取不同量的P标准储备液于50ml容量瓶中, 加入25ml基体溶液, 1ml HClO_4 , 稀释至刻度。即配成含P为10、20、50……500 $\mu\text{g/ml}$ 的标准系列。

2. 样品制备 称取0.500g样品(100目)于50ml高型烧杯中, 加入5ml HNO_3 , 2ml HClO_4 , 低温分解, 并蒸至近干, 滴加0.2ml HClO_4 浸取转移并定容至10ml, 静置后取其清液进行测定, 同时随同样品作空白。

3. 样品测定 按上述仪器工作条件测定标准系列、空白和样品, 以 $\Delta S\text{-logC}$ 绘制工作曲线(如图), 查出其含量。以 $\text{P I } 255.3\text{nm}$ 为分析线, 其目视检出限(谱线黑度超过背景, 清晰可以辨认)为2.0 $\mu\text{g/ml}$ 。

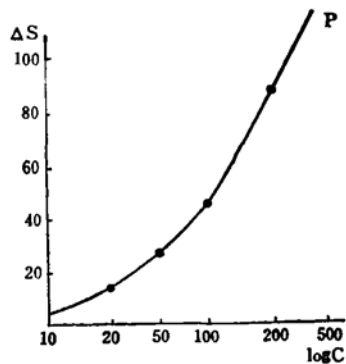


图 工作曲线

结果与讨论

一、酸类及酸度的影响

试液中不同类别的酸及酸度对分析元素的谱线强度将产生影响。除试样的分解程度或其它化学因素外,也由于不同介质改变了试液的粘度、表面张力及密度等,影响了提升量和雾化效率。本文实验了含1—6%浓度范围的 HCl、HNO₃、H₂SO₄、HClO₄ 试液中 P 谱线强度的变化。结果表明,在2—4% HCl和1—4% HClO₄ 试液中, P 的谱线强度值稳定,但在 HClO₄ 介质中谱线强度比 HCl 中高。而 HNO₃ 和 H₂SO₄ 介质中 P 的谱线强度不稳定且明显降低,回收率只有87%。因此,本文分解后的样品转化为 HClO₄ 介质,其酸度控制在2—3%范围。

二、共存元素的干扰

根据河底泥中主成分情况,对400μg/ml 的 Ca、Al, 200μg/ml 的 Na、Mg 和 800μg/ml 的 Fe 在测定 P 时的干扰进行实验。结果表明上述浓度的共存元素不影响 P 的测定(更高含量未试验),但测定时在标准溶液中加入一定量的基体成份相匹配,以提高分析的准确度。

三、样品的分解

对于多数环境样品用 HNO₃-HClO₄ 分解的回收率是足够的^[3]。只有进行全分析,需

要分解硅酸盐基体时,才使用 HF。本文实验了 HNO₃-HClO₄、HNO₃-HCl、H₂SO₄-HNO₃-HClO₄、HNO₃-H₂O₂、HNO₃ 等 5 种分解方法。结果表明,5 种分解方法对 P 均有较好的回收率。而 HNO₃-HClO₄ 分解法时间短,因此选用此法。

四、分析质量评价

按本文所选择的条件和分析步骤,进行标准加入回收,回收率为 105%。对含 P 2410ppm 的底泥样品测定 5 次,其相对标准偏差为 1.5%。对中科院环化所桃叶标准样品中 P 进行了测定,结果与文献^[4]测定值基本符合。同时测定了地矿部物化探研究所配制的含 P 人工土壤标准,结果也与对比值基本一致(下表),可见本法准确可靠。

表 样品分析结果(P: ppm)

试 样	本 法 结 果		对比值
	分次测定	平均值	
桃 叶	2794 2532	2649	2742 ^[4]
	2620		
土壤标准	10042 10915	10478	10000
底 泥	2401 2445 2401	2410	
	2445 2358		

五、洪泽湖底泥总磷的测定

本方法两人 1.5 天能完成 50 个样品的分析,测定了洪泽湖底泥中总磷。其结果 P 含量范围在 654—4192ppm, 平均值为 1703 ppm, 高出土壤背景值(650ppm) 2.6 倍。

参考文献

- [1] 中国环境科学学会环境质量评价专业委员会编,《环境质量评价方法指南》,1982,109页。
- [2] 地球化学标准参考样研究组,《地球化学标准参考样的研制与方法GSD 1—8》,地质出版社,1986,255页。
- [3] 中国光学学会光谱专业委员会,《分析样品的预处理》,1985,579页。
- [4] 回井周等,《环境化学》,1987,6(4),48。

〈收稿日期:1990年10月14日〉

(英文摘要转第21页)

(上接第208页)

Determination of Phosphorus in Sediments by ICP-AES

Jia Li

(Water Environment Monitoring Centre of Huaihe-River,
Bengbu, 233001)

A simple method is described for determining phosphorus in lake and river sediments by ICP-AES. The samples are digested with $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$. Polyphosphate and organic phosphorus are converted into normal phosphate. Phosphorus can be determined in the range 2—5000ppm.

Key words: phosphorus, ICP-AES, spectrograph.