

农药厂废水中总磷的测定

周美正, 叶 枫, 孙国蓉

(安庆水文水资源局 安徽 安庆 246003)

摘要 $K_2S_2O_8$ 法消解农药厂废水测定总磷质量浓度存在严重的干扰问题,经采取 HNO_3-HClO_4 消解法及对各种试剂加入量等影响因子进行条件控制,进一步对农药厂废水进行加标回收试验,得到了较为可靠的结果,解决了 $K_2S_2O_8$ 法消解测定过程中的干扰。

关键词 总磷,影响因子,农药厂

中图分类号 X830.2 文献标识码 A 文章编号 1004-693X(2004)01-0014-01

1 问题的提出

测定农药厂废水 TP 质量浓度时存在较严重的色度(有机物含量较高)干扰,为了降低其干扰,对农药厂废水进行稀释-过硫酸钾消解测定,有机物含量高的废水,氧化不完全,干扰色仍然存在,测定工作无法进行,对颜色较浅的农药厂废水虽然能够测定,但加标回收率较低,为 70% ~ 80%,测定精度无法保证。因此采用稀释, HNO_3-HClO_4 消解进行测定,并就各试剂的加入量等影响因子进行试验,以确定测定农药厂废水中 TP 质量浓度的最佳条件。

2 试 验

选用 HNO_3-HClO_4 消解方式,按照文献 [1] 的要求进行试验,分别测定标准曲线及单一影响因子——抗坏血酸、酒石酸锑钾、钼酸铵、硫酸、氯离子等在测定过程中的影响,以此来确定测试的适宜条件。

以 TP 质量浓度为 0.210 mg/L 的样品测定各试剂加入量的影响。

2.1 抗坏血酸加入量的影响

以抗坏血酸加入量为—影响因子,钼酸铵、酒石酸锑钾等浓度不变 [1],测定其影响,见图 1。

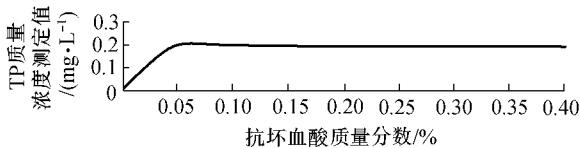


图 1 抗坏血酸加入量的影响

可见,抗坏血酸加入量应控制在 0.1% 以上,为节约成本,选取抗坏血酸加入量为 0.15%。

2.2 酒石酸锑钾加入量的影响

同理,只考虑酒石酸锑钾加入量对测试的影响,其他测试条件不变 [1],结果见图 2。

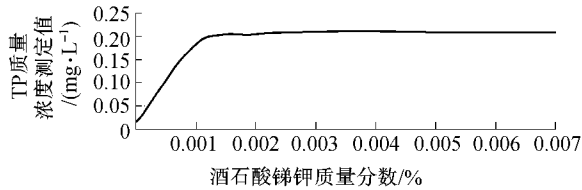


图 2 酒石酸锑钾加入量的影响

由图 2 可见,酒石酸锑钾加入量应为 0.0035% 才不至于影响 TP 的测定精度。

2.3 钼酸铵加入量的影响

同理,只考虑钼酸铵加入量对测试的影响,其他测试条件不变 [1],结果见图 3。

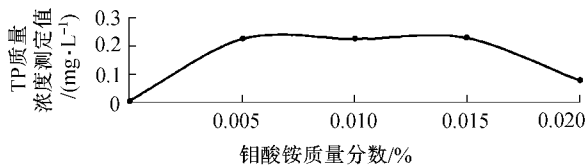


图 3 钼酸铵加入量的影响

可见,钼酸铵加入量为 0.005% ~ 0.018% 时,样品的吸光度稳定,在此区间内对其进行测定,钼酸铵浓度对 TP 测定的精度影响很小。

2.4 硫酸浓度的影响

加入的硫酸量对显色反应的程度和稳定性有较大的关联,并直接影响酸碱指示剂的颜色(显色物质基本上都是酸碱指示剂)。经测试其影响效果见图 4。

可见,硫酸浓度必须控制在 0.35 mol/L 以上。

2.5 氯离子浓度的影响

应用 HNO_3-HClO_4 消解加大了氯(下转第 68 页)

基本满足 2010 年国民经济和社会发展的需水要求 , 再加上南水北调工程及山东西水东调工程的逐步实施 , 客水资源的补充 , 做到全市水资源合理调配 , 高效利用 , 不仅能根本缓解水资源供需矛盾 , 而且能保障全市国民经济可持续发展。

参考文献 :

[1] 陈家琦 . 可持续发展的水资源开发与利用 [J]. 自然资源

学报 , 1995 (3) : 252 ~ 257 .

[2] 高彦春 . 区域水资源供、需平衡评价的初步研究 [J]. 地理学报 , 1997 , 52 (2) : 163 ~ 167 .
[3] 孙秀梅 . 山东省城市缺水问题及其解决对策 [J]. 水资源研究 , 1996 (6) : 1 ~ 6 .
[4] 孟凡海 . 3S 技术与水资源环境管理决策支持系统 [J]. 中国人口资源与环境 , 2001 (11) : 140 ~ 141 .

(收稿日期 2003-05-10 编辑 高渭文)

(上接第 14 页)

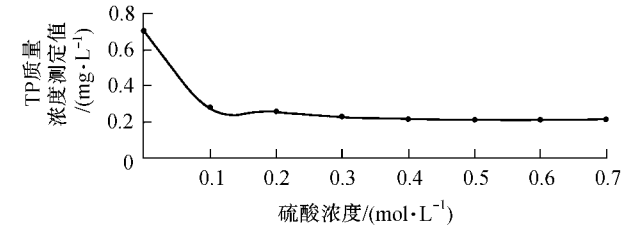


图 4 硫酸浓度的影响

离子的浓度 , 因此必须测定其对 TP 测定的影响程度 , 见图 5。

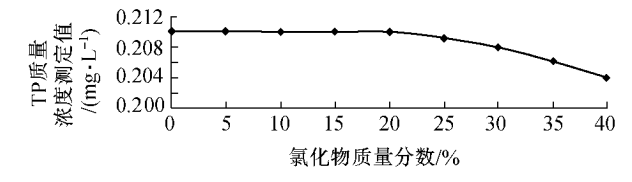


图 5 氯化物的影响

结果表明 , 氯离子浓度对 TP 浓度测定影响不大 , 即对测定工作几乎无影响。

3 测试

综合上述各测试条件 , 选取最优测试条件为 : 抗坏血酸质量分数为 0.15% ; 酒石酸锑钾质量分数为 0.004% ; 钼酸铵质量分数为 0.010% ; 硫酸浓度为 0.4 mol/L。

3.1 比照试验

对含磷 2.32 mg/L 的 30 份质空样品进行精密度与准确度试验 , 结果为 : ①重复性。实验室内相对标准偏差 : $K_2S_2O_8$ 消解法为 0.93% ; HNO_3-HClO_4 消解法为 1.26%。②加标回收率。 $K_2S_2O_8$ 消解法为 73.5% ~ 84.3% ; HNO_3-HClO_4 消解法为 95.2% ~ 105.6%。

可见 , HNO_3-HClO_4 消解法测试条件可靠 , 可靠性较高。

3.2 控制图试验

影响质量的因素可分为偶然因素(简称偶因)与异常因素(简称异因,也称为可查明因素或系统因素)两类。偶因是过程固有的,始终存在,对质量的影响微小,但难以去除。异因则非过程固有,有时存在,有时不存在,对质量影响大,但运用控制图不难去除。

含磷 2.32 mg/L 某农药厂废水水质控制图见图 6^[2]。图中,上控制限为测定平均值与 3 倍测定标准差之和,下控制限为测定平均值与 3 倍测定标准差之差。

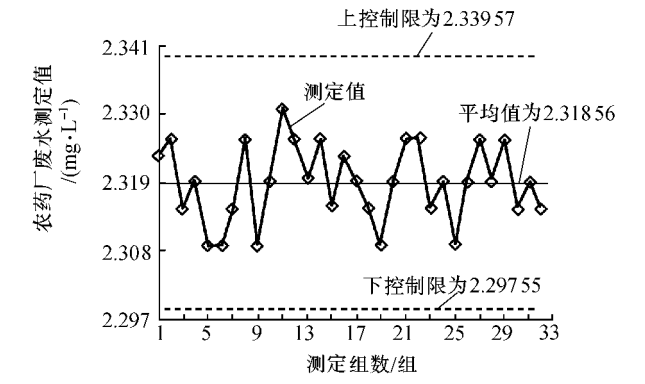


图 6 农药厂废水水质控制图

根据 GB/T 4091—2001《常规控制图》的 8 种判异准则^[2]判断,用 HNO_3-HClO_4 消解法测定农药厂废水处于稳态,因此检测质量是有保证的。

4 注意事项

4.1 消解

农药厂废水中 TP 浓度经 HNO_3-HClO_4 消解法测试,加标回收率较高,可以作为测试农药厂废水的方法,但 HNO_3-HClO_4 消解较繁琐,并有一定的危险性,在具体测试过程中应注意安全。

4.2 显色剂

显色剂的纯度直接影响空白值的大小,特别是对较低浓度的含磷样品影响极大,因此,在正式测定样品前,建议将所要求的显色剂硫酸、钼酸铵溶液和抗坏血酸溶液相混(视试验需要的此两种溶液的量的比例关系而定),如出现浅蓝色,则将此混合液倒入分液漏斗中,用甲基异戊酮萃取 2 次,去除溶液内 $PbAs^{[1]}$ 等杂质干扰。

参考文献 :

[1] 中国标准出版社二编室 . 水质分析方法国家标准汇编 1996 [M]. 北京 : 中国标准出版社 , 1996 .
[2] 国家质量监督检验检疫总局质量管理司 . 质量专业理论与实务(中级) [M]. 北京 : 中国人事出版社 , 2002 .

(收稿日期 2003-03-25 编辑 胡新宇)