

# 水样前处理方法对水体总磷测定值的影响探究

孙江波

(德州市生态环境局乐陵分局, 山东 乐陵 253600)

**摘要** 作为水质评价的关键性指标之一, 总磷可直接反映出水体的污染程度以及富营养化程度。而研究表明, 水体中的泥沙、藻类等悬浮物会直接影响总磷测定的精准度, 因此, 在进行水体总磷的测定前, 使用适宜的方法对水样予以相应前处理极为必要。文章结合笔者既往水环境监测实践经验, 围绕水样前处理方法对水体总磷测定值的影响展开相应探究, 以期为广大环境工作者在进行水样前处理方法的选择时提供借鉴。

**关键词** 水体总磷测定 水样前处理 自然静置 离心处理

中图分类号: X84

文献标识码: A

文章编号: 1007-0745(2022)05-0058-03

水环境中的磷通常以多种形态存在, 主要包括溶解于水体中、存在于水生生物或腐殖质离子中、呈悬浮颗粒态、沉降颗粒态等。相关研究发现, 存在于悬浮颗粒物中的磷能够在物理、化学或生物等的作用下释放到水体, 并转化为能够被水生生物利用的磷。因此, 水体中泥沙等悬浮颗粒物的粒径大小、含量高低等均会对总磷浓度测定造成影响, 由此可见, 水体总磷测定的前处理方式是否合理会直接影响水样悬浮颗粒物的含量, 进而对总磷测定的结果产生影响。本文在某流域水样的检测时, 为真实反映水体总磷的污染情况, 对水体样品通过自然静置进行充分沉降, 以及离心机进行离心处理, 以降低水体中悬浮颗粒物、泥沙等杂质对水体总磷检测的影响, 并获取能够真实反映某流域水体的污染物状况。

## 1 水体总磷测定前处理相关要求

由于水体中存在的浮游生物以及悬浮颗粒物等, 往往会直接影响水体总磷浓度的测定精准性, 因此, 水样采集与前处理方法的选择是否合理变得十分关键, 且不同标准水样总磷浓度的测定时, 对前处理方式及要求也会有所差异。结合当前地表水总磷测定的相关标准规范, 水中总磷测定时的水样前处理方式主要分为三种: 一是自然沉降静置 30min; 二是采用 63  $\mu\text{m}$  筛过滤; 三是 4000r/min 离心处理 5min。其中, 不同水样前处理方式及要求如表 1 所示。<sup>[1]</sup>

在《地表水和污水监测技术规范》中对水样采集与处理进行了明确, 要求采集完水环境样品后, 应先进行自然静置 30min, 然后取上层非沉降的水样, 并采用钼酸铵分光光度法对水体总磷进行分析测定。采用该方法进行总磷测定时, 应按照规范要求将取得的水

样摇匀, 并得到具有代表性的悬浮物分布均匀的水样。按照此种前处理方法分析测定的总磷主要包括溶解态磷、胶体态磷以及不易沉降的颗粒态磷, 消除了易沉降的颗粒态磷。<sup>[2]</sup>

另外, 在《水和废水监测分析方法》(第四版)中, 对水环境样品采集要求予以了明确规定, 要求采集水样时不得混入水面上的漂浮物; 对于含有泥沙等沉降性固体的水样中, 应采用分离的方式去除, 分离方法为: 将采集的水样充分摇匀, 然后倒入筒形玻璃容器, 按要求静置 30min, 然后将含有悬浮态固体但无沉降固体的水样移至容器并加入保存剂。上述处理方法主要去除影响总磷浓度测定的水样漂浮物、水中浮游生物以及易沉降固体, 测量得到的总磷包括溶解态磷、胶体态磷、悬浮藻类以及不易沉降的颗粒态磷。在含有大量水生植物的水环境中, 总磷浓度的测定即是采用此前处理方法, 以去除沉降性固体残渣中的磷。此外, 在《地表水总磷现场前处理技术规定(试行)》中, 对于静置 30min 后仍存在大量悬浮颗粒物的, 应试行离心处理对沉降固体进行去除。<sup>[3]</sup>

## 2 水体总磷测定前处理实验方法

### 2.1 水样采集与处理

选取某流域具有代表性的断面进行采样分析, 采集断面中垂线的表层水样, 每间隔 2 ~ 3 天采样一次, 为确保所采集水环境样品的均匀性与代表性, 现场所采集的水样不进行沉降处理直接装入样品瓶, 每次水样采集数量为 23 瓶, 每瓶水样体积为 1L。其中, 所采集的 23 瓶样品中, 14 瓶进行静置处理, 9 瓶进行离心处理<sup>[4]</sup>。所有采集得到的样品均不加固定剂, 并在 5℃ 条件下冷藏进行运输, 样品送至实验室的时间应不得

表1 水体总磷测定前处理方式

标准或规范	前处理方式及要求
地表水和污水监测技术规范	若水样中含悬浮颗粒物, 则应分离去除
水和废水监测分析方法	若水样中含悬浮颗粒物, 则应分离去除
地表水总磷现场前处理技术规定	遇到藻类聚集, 应过 63 $\mu\text{m}$ 的过滤筛后再按要求执行

表2 静置水样三次试验比对结果

静置时间	浊度检测结果			总磷检测结果		
	889	1379	1978	0.53	0.70	0.69
原水	889	1379	1978	0.53	0.70	0.69
0.5h	511	676	596	0.36	0.45	0.41
1h	301	384	308	0.30	0.34	0.31
1.5h	237	171	194	0.30	0.27	0.29
2h	155	143	123	0.28	0.26	0.25
2.5h	147	99	103	0.26	0.24	0.25
3h	110	84.7	69.2	0.24	0.24	0.23
4h	77.3	76.4	59	0.22	0.22	0.23
5h	75.3	63.5	34.5	0.22	0.21	0.20
6h	57.6	53.8	29.7	0.21	0.21	0.20
7h	49.1	24.4	26.7	0.20	0.20	0.19
8h	39.7	14.4	24.8	0.19	0.19	0.18
10h	28.2	13.6	21.9	0.19	0.18	0.18
12h	20.1	22.8	20.5	0.19	0.18	0.18

表3 离心水样三次试验比对结果

离心时间	浊度检测结果			总磷检测结果		
	882	1339	1910	0.56	0.71	0.37
原水	882	1339	1910	0.56	0.71	0.37
1min	79.7	90.3	90	0.44	0.45	0.43
2min	51.8	73.2	43.6	0.32	0.32	0.30
3min	45.2	45.4	40.3	0.21	0.21	0.20
4min	40	39.3	38.6	0.20	0.19	0.19
5min	37.1	37.4	33.4	0.19	0.19	0.18
6min	36.4	32.6	27.1	0.18	0.19	0.19
7min	27.8	32.3	23.2	0.19	0.19	0.19
8min	19	20.9	18.8	0.19	0.18	0.18

超过3小时, 并尽快完成水样的分析测定。

## 2.2 总磷分析与测定

### 2.2.1 静置分析

水体前处理前应将采集的14瓶水样充分摇匀, 使水样混合均匀后自然静置, 并对14瓶静置的水样进行

编号, 同时, 将计划静置的时间标注在水样标签上。然后, 按照表2中的先后时间顺序, 在水样液面下方5cm的位置用硅胶虹吸管吸取250mL非沉降样品, 采样时应注意不得搅动底部位置的沉降物, 如若底部沉降物被搅动, 应按要求重新取样。总磷测定前, 应将吸

取的水样充分摇匀后取样,并按照相关标准要求对总磷进行测定。在测得水样两次浊度值相对偏差 $< 5\%$ 时,则说明水样处于基本静稳状态,此时应再进行两次加测试验<sup>[5]</sup>。根据时间的变化绘制水样总磷与浊度变化曲线,在所取水样浊度达到静稳点后,则静置时间所对应的总磷浓度为水样总磷的浓度值。

### 2.2.2 离心分析

在进行水样前处理前,应先将9瓶水样摇晃30s,使其充分混合均匀。然后将原水与需要进行离心处理的水样进行编号,并标注好离心处理的时间。离心处理采用离心机按照2000r/min离心率进行离心,并按照表2的时间要求分别进行离心处理,每个水样应按顺序依次进行离心操作<sup>[6]</sup>。完成水样的离心处理后,吸取每个离心处理后水样上层非沉降部分,将吸取的样品混合均匀后分别对浊度及总磷进行检测,得到表3结果。

## 3 水体总磷测定前处理结果讨论

水样浊度采用便携式浊度计进行检测,总磷分析采用钼酸铵分光光度法,并严格按照分析流程及要求,对每一个水体样品进行浊度-色度补偿,防止误差引入对总磷测定造成影响,确保数据的准确性与可比性。

### 3.1 自然静置

结合三次自然静置实验比对结果数据及表2可知,水样在静置2h后浊度值基本稳定。静置2h之前,由于原水浊度的差异,使得不同样品的浊度也存在较大差异,但静置2h后水样浊度变化趋势逐渐变小,由此看出该河段所采集水样至少需要静置2h方可消除可沉降悬浮物胶体的影响,此结果也与表2中静置2h后的总磷浓度变化趋势相一致,且结合水样总磷浓度的变化趋势,也进一步说明了泥沙、胶体等对水中总磷浓度测定的影响。同时,三次测定浊度值于5~6h后趋于一致,即水样浊度基本趋于静稳点,而表2中三次总磷浓度检测结果也基本于5~6h后趋于一致,由此说明,所采集的水样在经过一段时间的静置沉淀且达到静稳点后,水中悬浮颗粒物与胶体均进行了较好的沉淀,此时基本不会因水样浊度而影响水样总磷的测定,且此时间段后测定的浓度也是水样总磷的真实反映<sup>[7]</sup>。

### 3.2 离心处理

结合三次离心处理实验比对结果及表3可知,水样初始浊度存在明显差异,在采用离心机按照2000r/min离心率进行离心1min后,水样浊度都降到了100以内,由此可见,采用离心处理能够很好地处理水样中的悬浮物,且随着离心处理时间的不断增加,水样浊度变化于5~6min时基本趋于一致,并达到静稳点,而表3中总磷浓度检测结果变化趋势也基本于5~6min

后趋于一致,并达到了总磷浓度的静稳值。

对比水样经自然静置与离心处理后的情况可知,水样自然静置6h的总磷测定值与2000r/min离心处理3min的测定值基本一样,水样经自然静置12h后的总磷测定值,与2000r/min离心处理5min后总磷测定值基本一样。尤其在水体样品浊度较大时,采用静置、离心等不同的实验分析方法,对于水体总磷的测定影响十分显著。由此可见,对水样按照2000r/min离心处理对于消除水样中悬浮状干扰物的影响效果显著,且由表3可以看出,离心处理时间5~6min后浊度及总磷浓度值趋于稳定,此时间段后对水样总磷浓度进行测定,也是水样总磷的真实反映。

## 4 结论

水体中胶体及悬浮颗粒物等所产生的浊度直接影响着水样总磷的测定精准度,在对浊度较高的水样进行总磷测定时,往往无法精准地反映出水样总磷的实际值,因此,需对所采集的水样进行严格的前处理。然而对比较为常用的前处理方法,自然静置虽简单方便、无需处理设备,但耗用时间较长,对于水样的应急监测适用性较差<sup>[8]</sup>;而离心处理能够在短时间内分离去除水中悬浮颗粒物,并能在短时间内达到与自然静置一样的效果,故采用离心处理对水样进行相应的前处理更为可靠、便捷。

## 参考文献:

- [1] 何治文. 环境监测中水质总磷测定标准方法研究[J]. 中国资源综合利用, 2020,38(10):156-158.
- [2] 吴丹, 金小伟, 朱红霞, 等. 地表水总磷测定中现场前处理方式及分析方法比对研究[J]. 中国环境监测, 2020,36(04):123-131.
- [3] 陈孟高山, 王鸣轩, 杨柳燕. 前处理方法对水体总磷测定值的影响研究[J]. 环境监控与预警, 2020,12(02):1-5.
- [4] 陈玉柱, 王歆. 总磷水样采集与前处理的差异性分析与建议[J]. 仪器仪表与分析监测, 2017(03):44-46.
- [5] 杨丽仙, 林奕, 邓珊珊, 等. 影响河湖水体总磷测定方法的分析探讨[J]. 农业灾害研究, 2021,11(02):159-160,163.
- [6] 韩春元. 地表水中总磷监测前处理方法的改进实验[C]. 中国环境科学学会2019年学术年会论文集, 2019: 2618-2620.
- [7] 郭仁庆, 钟声. 不同预处理方式对在线水质数据准确度的影响研究[J]. 江苏科技信息, 2019,36(27):45-47.
- [8] 王保勤, 窦艳艳, 张雪璐. 影响地表水中总磷测定的因素探讨[J]. 环境监控与预警, 2017,09(02):38-40.