



正磷酸盐的测定

讲课人：蒋文洁

上海市城市排水监测站有限公司

中国水协



目录

CONTENTS

- 一. 测定方法
- 二. 操作规范
- 三. 问题解答

中国农协

第一篇

测定方法

中国水协

测定方法



上海城投
SHANGHAI CHENGTOU
城投水务 WATER

排水公司

SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

1. 方法标准

- ▶ 《水和废水监测分析方法》（第四版）（三）钼锑抗分光光度法
- ▶ 《城市污水水质检验方法标准》（CJ/T 51-2018） 29.1 可溶性磷酸盐的测定 氯化亚锡分光光度法

中国水协

测定方法



上海城投
SHANGHAI CHENGTOU
城投水务 WATER

排水公司

SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

2. 样品的保存：不加任何保存剂，2~5 °C冷处保存，在24h内进行分析。

3. 水样预处理

采集的水样立即经0.45 μm微孔滤膜过滤，其滤液供可溶性正磷酸盐的测定。

中国水协

测定方法



排水公司
SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

4. 方法原理

在酸性条件下，正磷酸盐与钼酸铵、酒石酸锑氧钾反应，生成磷钼杂多酸，被还原剂抗坏血酸还原，则变成蓝色络合物，通常即称磷钼蓝。



5. 仪器

分光光度计

中国水协

测定方法



排水公司
SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

6. 试剂

- (1) **10%抗坏血酸溶液**：溶解10g抗坏血酸于水中，并稀释至100ml。该溶液贮存在棕色玻璃瓶中，在约4℃可稳定几周。如颜色变黄，则弃去重配。
- (2) **钼酸盐溶液**：溶解13g钼酸铵于100ml水中。溶解0.35g酒石酸锑氧钾于100ml水中。在不断搅拌下，将钼酸铵溶液徐徐加到300ml (1+1) 硫酸中，加酒石酸锑氧钾溶液并且混合均匀，贮存在棕色的玻璃中于约4℃保存。至少稳定两个月。
- (3) **磷酸盐标准溶液**：磷酸二氢钾或稀释磷酸盐标准溶液（以P计）配制2.00μg/mL (mg/L)（用于绘制校准曲线）。

中国水协

测定方法

7. 步骤

(1) 校准曲线的绘制：用刻度吸管分别移取下表所示体积的磷酸盐标准使用液（2.00mg/L）于数支50mL具塞比色管中，以蒸馏水定容，摇匀。

取样体积 (ml)	0	0.50	1.00	3.00	5.00	10.0	15.0
定容体积 (ml)	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0
质量 (μg)	0	1.0	2.00	6.00	10.0	20.0	30.0

① 显色：向比色管中加入1 ml 10%抗坏血酸溶液 → 摇匀 → 加入2 ml钼酸盐溶液 → 盖塞充分摇匀 → 放置15分钟

② 测量

◆ 比色皿：10mm或30mm

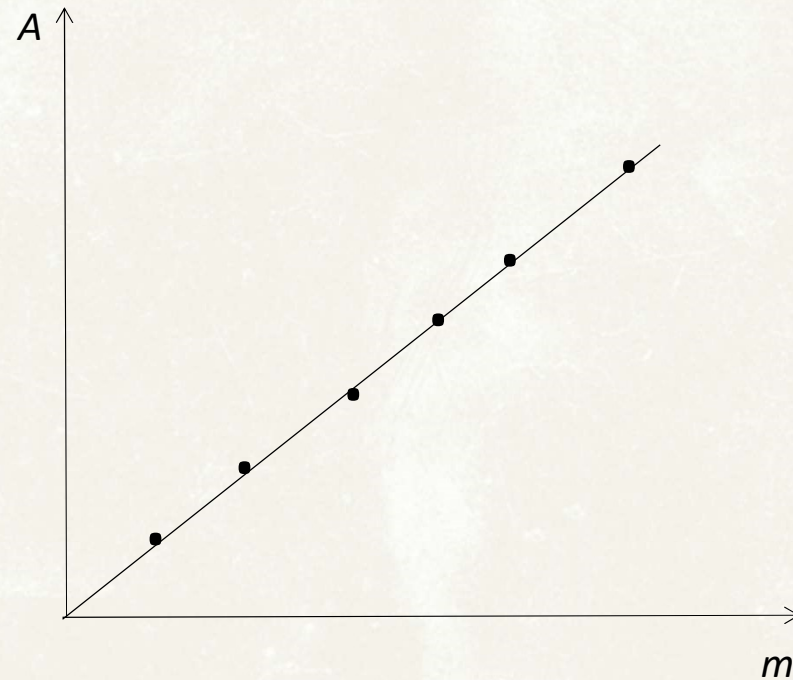
◆ 波长：700nm

测定方法



排水公司
SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

◆以零浓度溶液为参比，测量吸光度，以磷质量 m (μg) 为横坐标，以吸光度 A 为纵坐标绘制校准曲线 $A=am+b$



中国水协

测定方法

(2) 样品测定

- ①取适量经滤膜过滤的水样加入50ml比色管中，用水稀释至标线，按绘制标准曲线步骤进行显色和测量。
- ②以零浓度溶液为参比，测得吸光度，并从校准曲线上查出含磷量。

测定方法



上海城投
SHANGHAI CHENGTOU
城投水务 WATER

排水公司

SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

8. 计算

磷酸盐（以P计，mg/L）=m/V

式中：m—由校准曲线查得的磷量（ μg ）

V—水样体积（ml）。

中国水协

注 意 事 项



排水公司

SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

城投水务 WATER

- (1) 室温低于 13°C 时，可在 20°C — 30°C 水浴中显色15min。
- (2) 操作所用的玻璃器皿，可用(1+5)盐酸浸泡2h，或用不含磷酸盐的洗涤剂刷洗。
- (3) 比色皿用后应以稀硝酸或铬酸洗液浸泡片刻，以除去吸附的钼蓝有色物。

中国水协



第二篇

操作规范

中国水协



操作规范



排水公司

SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

1、器皿的准备

- ①玻璃器皿清洗干净
- ②玻璃器皿的检漏
- ③玻璃器皿贴上明确的标识

中国水协

2、样品配制及标准曲线制作

(1) 移液操作规范

- 1) 移液管润洗三遍
- 2) 不能直接从容量瓶中移取溶液
- 3) 移液管移液不能吸空
- 4) 吸取溶液后，移液管外壁要擦干
- 5) 在废液杯中调节移液管液面
- 6) 移液管液面调整完毕，去除管的末端多余液体
- 7) 移液管放液时，管的末端靠在盛溶液器皿的内壁上
- 8) 将移液管中多余的溶液放入废液缸
- 9) 读数时视线与凹液面齐平
- 10) 调节移液管液面，溶液凹液面最低处与标线平齐
- 11) 移液过程中，移液管要垂直



操作规范



排水公司
SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

(2) 容量瓶操作规范

- 1) 容量瓶应检漏，不能漏液。
- 2) 加水至容量瓶约2/3体积时平摇。
- 3) 定容至刻度后盖塞充分摇匀。
- 4) 定容过程中溶液和蒸馏水应沿瓶壁加入，以免容量瓶内有气泡。
- 5) 定容时溶液凹液面最低处应与标线平齐。

中国水协

(3) 比色管使用规范

- 1) 比色管应检漏，不能漏液。
- 2) 加蒸馏水稀释，溶液凹液面最低处应与比色管刻度线平齐。
- 3) 比色管加溶液和蒸馏水时应沿器壁流下的，以免产生大量气泡。

操作规范



排水公司
SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

(4) 标准系列配制

- 1) 应按检测方法标准配制标准系列溶液
- 2) 按正确次序加入试剂
- 3) 显色时间充分

中国水协

操作规范



排水公司

SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

3、仪器操作规范

(1) 仪器预热，正确调整波长（700nm），校零

(2) 比色皿使用规范

- 手拿比色皿的毛面，不能触及比色皿光面
- 比色皿应润洗3次
- 用擦镜纸擦拭比色皿外壁
- 加入比色皿溶液高度应在2/3-4/5
- 比色皿中不应有气泡
- 应由低浓度到高浓度进行测量
- 比色皿不应放在仪器表面
- 比色室被洒落的溶液污染应及时彻底清理干净
- 比色完应取出比色皿并洗涤控干
- 测定结束，合上暗箱盖

中国水协

操作规范



排水公司

SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

4、清洁、整理

实验完毕后对实验器具、区域进行清理，废液倒入废液缸。

中国水协

5、数据的记录和填写

- 所有过程参数随出随填
- 环境参数（温、湿度等）按真实情况填写
- 书写工整规范
- 按规定杠改
- 记录上所要求填写的信息均填写完整
- 结果进行正确的修约

有效数字的表示及计算规则



排水公司
SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

有效数字就是在测量中所得到的，有实际意义的数字。它是通过计量而得到的，且根据计量器具的精密度来确定。

记录一个测量所得数据时，其末尾保留一位不确定数字，即有效数字是包括全部可靠数字以及一位不确定数字在内的有意义的数字。

其计算规则为：

(1) 加减法：几个数据相加减时，它们的和或差的有效数字的保留应以小数点后位数最少的数字为依据。

$$1.567+3.56=5.13$$

$$10.6-2.45= 8.2$$

中国水协

(2) 乘除法：几个数据相乘除时，计算结果的有效数字位数取决于运算数中有效数字最少的数据的位数。

$$20.5 \times 1.5 = 31$$

$$30.31 \div 3.23 = 9.38$$

(3) 开方乘方：保持原有有效位数。

$$2^3 = 8$$

数值的修约规则



排水公司
SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

运算中弃去多余数字时，一律以“四舍六入五单双”为原则，也就是四要舍，六要入；五后不为零要进一；五后全为零，则五前单数要进一，五前双数全舍光，而不要直接“四舍五入”。

$$6.51+3.478=9.988=9.99$$

$$9.557+3.8=13.357=13.4$$

$$2.50 \times 11.5=28.75=28.8$$

$$3.75+3.455=7.205=7.20$$

中国水协

原始记录



分光光度法测定原始记录

测定项目: _____ 测定地点: _____ 室温: _____ °C 测定日期: _____

序号	样品编号	取样体积 (mL)	稀释倍数	吸光度 ($A_{\text{样}}-A_0$)	计算结果 (mg/L)
平均值 (mg/L)				相对偏差 (%)	
工作曲线				方法依据	《水和废水监测分析方法》(第四版)
仪器名称及编号					
备 注					

测定人员 _____

中国水协

原始记录



上海城投
SHANGHAI CHENGTOU
SEWERAGE WATER

排水公司

SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

比色皿 (mm)		10或30	参比液			蒸馏水			波长 (nm)	700	
标准溶液	名称		批号			标准值(mg/L)			制作日期		
	取样量 (mL)		定容体积(mL)			浓度(mg/L)			2.00	温度 (°C)	
标准曲线测定	序号	0	1	2	3	4	5	6	7	8	
	取样体积 (mL)	0	0.50	1.00	3.00	5.00	10.0	15.0			
	定容体积(mL)	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0			
	质量 (μg)	0	1.0	2.00	6.00	10.0	20.0	30.0			
	$A_{\text{样}}-A_0$										
	A_0				γ			工作曲线	$y=ax+b$		
备注											

中国水务

相对偏差的计算



排水公司
SHANGHAI MUNICIPAL SEWERAGE CO., LTD.

相对偏差=[(测定值-平均值) / 平均值] × 100%

两个样品: $|x_1 - x_2| / (x_1 + x_2) \times 100\%$

三个样品:
$$\frac{|x_1 - \bar{x}| + |x_2 - \bar{x}| + |x_3 - \bar{x}|}{3 \times \bar{x}} \times 100\%$$

中国水协