

# 水样中有机磷的微波消解<sup>\*</sup>

黄亦琳 (福建省厦门鱼肝油厂, 厦门 361005)

林玉晖 袁东星 (厦门大学环境科学中心)

**摘要** 采用微波消解系统对水样中有机磷进行消解, 考察了消解时间、功率等不同实验条件对样品微波消解的影响; 并将该法与总磷测定的常规消解方法进行了比较, 结果表明, 微波消解法简便、快速、准确、可靠。

**关键词** 微波消解 有机磷农药

## Microwave Digestion of Organophosphorous in Water Samples

Huang Yilin, et al (Xiamen Fish-Liver Oil Factory, Xiamen 361005)

**Abstract** Microwave digestion system was applied to digest water samples containing organophosphorous. The experimental conditions such as digestion time and power have been studied. The proposed method is also been compared with the conventional digestion method used in total phosphorus determination. The results show that the proposed method is simple, fast, accurate and reliable.

**Key words** Microwave digestion Organophosphorous

水样中磷的测定通常采用磷钼兰分光光度法。测总磷时, 需将水样中的有机磷在强氧化剂存在和加热、加压条件下消解转化为正磷酸盐后用以测定。但常规的消解方法存在着操作繁琐、热效率低、耗时长等缺点。Jardim 等人于 1989 年提出用微波消解技术来消解水样<sup>[1]</sup>。由于微波消解具有热效率高、简便、快速、安全等特点, 已广泛用于金属化合物的消化测定。同时, 人们对微波消解技术在生物样品处理方面的应用也做了探索性的工作。国内刘成梁等人已将微波消解法用于 COD 的测定<sup>[2]</sup>。Williams 等人用微波在线消解废水样品, 测定总磷<sup>[3]</sup>。本研究应用微波消解系统, 对水样中不同的有机磷化合物进行消解, 用磷钼兰分光光度法检测消解产物。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

奥瑞特微波消解系统; 751 型分光光度计, 10mm 比色皿。

### 1.2 试剂

磷酸二氢钾储备液, 5.0mmol/L; 磷酸二氢钾标准溶液, 0.2mmol/L, 临用时配制; 10% (W/V) 抗坏血酸溶液。

钼酸盐溶液: 称取 13g 分析纯钼酸铵和 0.35g 酒石酸锑氧钾分别溶解于 100ml 水中, 在不断搅拌下, 将钼酸铵溶液徐徐加到 300ml (1+1) 硫酸溶液中, 然后加入酒石酸锑氧钾溶液, 混合均匀后置于棕色瓶中, 于冰箱内保存 2 个月。

准偏差为 5.2~19.5%。

该方法可适用于饮用水, 饮用水源水及颗粒物含量较少的污水中多环芳烃的检测。

致谢: 本文作者对山东省环境监测中心站王维德高工的热情指导表示衷心的感谢!

## 4 参考文献

- 1 谢重阁等. 环境中的苯并(a)芘及其分析技术. 北京: 中国环境科学出版社, 1991
- 2 水和废水监测分析方法(第三版). 北京: 中国环境科学出版社, 1989

- 3 Wells M. J. M. and Michael J. L., Reversed-Phase Extraction for Aqueous Environmental Sample Preparation in Herbicide Analysis J. Chromatogr. Sci., 1987, 25: 345
- 4 Ogan K., Kats E., and Slavin W., Determination of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons by Reversed-Phase Liquid Chromatography, Anal. Chem., 1979, 51: 1315

1998-06-10 收稿, 1998-09-25 修回

作者简介 贾瑞宝: 1968 年出生, 硕士, 工程师, 多次获省部级科技进步奖, 发表论文 10 篇。

\* 福建省自然科学基金资助项目 (编号: 1397003)

5% (m/V) 过硫酸钾溶液: 溶解 5g 过硫酸钾于水中, 稀释至 100ml。

葡萄糖-6-磷酸标准溶液, 0.1mmol/ml。

水胺硫磷和甲基异硫磷均为市售有机磷农药, 水胺硫磷标示浓度为 40% (W/V), 甲基异硫磷为 40% (W/V), 实验时, 将水胺硫磷和甲基异硫磷农药的原液稀释 2000 倍后做为试样, 用时取 1ml。

### 1.3 实验步骤

移取少于 25ml 需消解的试样 (含磷量少于 30 $\mu$ g) 于聚四氟乙烯消化罐中, 同时加入 4ml 过硫酸钾溶液。拧紧罐盖, 置于微波炉中, 每次可同时消解六个样品。设定消解功率、时间、压力后, 启动消解系统。消解好的样品经冷却, 按常规测定方法 [4] 显色、定容至 50ml, 稳定 15min 后用分光光度计在 510nm 处检测。

## 2 结果与讨论

### 2.1 消解时间对消解效率的影响

以糖磷脂和水胺硫磷为实验对象, 微波消解功率设为 500W, 考察样品消解程度随消解时间

(1~12min) 变化的情况。结果表明, 磷的回收率随消解时间的增加而增大, 反映样品的消解程度随消解时间的延长而加深; 经过 4min 的微波消解后, 两个试样的回收率均可达 98% 以上, 此后, 样品的回收率随消解时间的延长而变化的幅度较小。实际测定中, 消解时间可选用 8~10min。

### 2.2 消解功率对消解效率的影响

同样以糖磷脂和水胺硫磷为试样, 固定微波消解时间为 3min, 研究试样回收率与微波功率变化之间的关系。实验数据表明, 微波功率的变化 (300~700W) 对试样回收率 (95.2~97.7%) 的影响不大。

### 2.3 与常规消解方法的比较

实验比较了微波消解法与常规消解方法<sup>[4]</sup>对水样中有机磷的消解结果, 微波消解法的实验条件为: 消解压力 200KPa, 消解功率 500W, 消解时间 10min。表 1 数据表明, 微波消解法与常规消解方法相比, 结果相当吻合。反映了微波消解法的可适用性。

表 1 微波消解法与常规消解法的比较

项 目	试样加入量 ( $\mu$ g)	微波消解法 测得量( $\mu$ g)	回收率 (%)	常规方法 测得量( $\mu$ g)	回收率 (%)
甲基异硫磷	19.80	19.31	97.5	19.61	99.0
水胺硫磷	28.20	27.88	98.9	28.09	99.6

### 2.4 实际样品测试

选取某一品牌无磷洗衣粉 (以下简称“XX”牌无磷洗衣粉) 和国内某一知名品牌洗衣粉 (以下简称“YY”牌洗衣粉), 厦门大学芙蓉湖和半月潭的水样为试样, 用微波法消解后, 分别测定它们的含磷量。实验结果表明, “XX”牌无磷洗衣粉的含磷量为 0.27%, 达到了我国环境标志产品中无磷洗衣粉含磷量低于 0.5% 的技术要求, 而“YY”牌洗衣粉的含磷量为 3.62%, 约为前者的 13.4 倍。对芙蓉湖和半月潭两水样的检测结果表明, 上述水样的含磷量 ( $9.1 \times 10^{-3}$  ~  $9.8 \times 10^{-3}$  mg) 已十分接近地面水质 V 类标准。主要原因是由于上述两水体的水交换情况较差, 且接纳了大量的生活污水 (学生所使用的洗

衣粉均为含磷洗衣粉), 最终导致磷污染较重。

## 3 参考文献

- 1 W. F. Jardim, J. J. R. Rohwedder, Water Res. 1989, 23: 1069
- 2 刘成梁, 朱叔韬, 翁海平, 徐亦媚, 吴慧常. 上海化工高等专科学校学报, 1994, 10 (3): 13
- 3 KE. Willams S. J. Haswell D. A. Barclay, G. Preston, Analyst, 1993, 118: 245
- 4 国家环保局. 水和废水监测分析方法 (第三版). 北京: 中国环境科学出版社, 1989: 280

1998-06-05 收稿, 1998-09-16 修回

作者简介 黄亦琳: 女, 28 岁, 1992 年厦门大学化学系毕业, 助理工程师。