

# Comparative analysis of total phosphorus determination and monitoring

Haidi Cao

Dingxi Hydrology and Water Resources Survey Center, Dingxi, Gansu, 743000, China

## Abstract

Under neutral conditions, potassium persulfate (or nitric perchloric acid) was used to dissolve the sample of total phosphorus, and all the phosphorus contained in it was oxidized to orthophosphate. In the acidic medium, orthophosphate and ammonium molybdate reaction, in the presence of antimony salt to produce phosphorus molybdenum heteropoly acid, immediately produce blue complex. The sulfate is the oxidizing agent, the unfiltered water sample is dissolved, and the total phosphorus is determined by ammonium molybdate spectrophotometer. The digestion with nitric perchloric acid needs to be carried out in the fume Hood. The mixture of perchloric acid and organic matter is easy to be dangerous after heating. It is necessary to dissolve the sample first, and then add nitric acid perchloric acid for digestion.

## Keywords

dissolve; Surface water; Industrial; Wastewater; Water chemical analysis;

## 总磷的测定及监测对比分析

曹海迪

甘肃省定西水文水资源勘测中心, 中国·甘肃 定西 743000

## 摘要

总磷在中性条件下用过硫酸钾(或硝酸—高氯酸)使试样消解,将所含磷全部氧化为正磷酸盐。在酸性介质中,正磷酸盐与钼酸铵反应,在锑盐存在下生成磷钼杂多酸后,立即生成蓝色的络合物。硫酸盐为氧化剂,将未经过滤的水样消解,用钼酸铵分光光度计测定总磷。用硝酸—高氯酸消解需要在通风橱中进行,高氯酸和有机物的混合物经加热易发生危险,需将试样先用消解,然后再加入硝酸—高氯酸进行消解。

## 关键词

溶解; 地面水; 工业废水; 水化学分析;

## 1 引言

为确保地表水分析方法结果的系统性、科学性、准确性、制定了本标准。适用于江河、湖泊、水库、运河、渠道等具有使用功能的地表水水域。防治水污染,保护江河、湖泊、运河、渠道、水库和海洋等地面水以及地下水水质的良好状态,保障人体健康、维护生态平衡、促进国民经济和城乡建设的发展,对总磷进行测定及监测对比分析。

## 2 总磷测定时,需要选择相关的化学试剂:

硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ),密度为1.84g/mL。

硝酸( $\text{HNO}_3$ ),密度为1.4g/mL。

高氯酸( $\text{HClO}_4$ ),优级纯,密度为1.68 g/mL。

硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ),1+1。

硝酸,约 $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{mol/L}$ 。将27 mL硫酸加入1000 mL水中。

氢氧化钠( $\text{NaOH}$ ),1mol/L溶液。将40 g氢氧化钠溶于水中,并稀释到1000mL。

过硫酸钾( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ),50g/L溶液:将5 g过硫酸钾溶解于水,并稀释至100 mL。

磷标准贮备溶液,在天平称取 $0.2197 \pm 0.0001\text{g}$ 于110℃干燥2小时在干燥器中放冷的磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ),用水溶解后转移至1000mL容量瓶中,加入大约800mL水、加5mL硫酸用水稀释至标线并混匀。

磷标准使用溶液,将10mL的磷标准溶液转为250mL的容量瓶中,用水稀释混匀。

## 3 总磷测定时,实验室使用的常见仪器和测定的方法及消解。

选择蒸气消毒器和压力锅。

250mL磨口刻度管。

【作者简介】曹海迪(1985-),女,中国甘肃定西人,本科,高级工程师,从事水资源保护研究。

使用分光光度计测比。

在试样中加入 4mL 过硫酸钾，将具塞刻度管的盖塞紧后，用一块小布和线将玻璃塞扎紧，放在大烧杯中置于高压蒸气消毒器中加热，相同温度的 120℃情况下，保持 30 分钟后停止加热，用过硫酸钾消解时，需先将试样调至中性。

硝酸消解的时候，取 25mL 的试样于锥形瓶中，加数粒玻璃珠，再加 2mL 数量硝酸，在电热板上加热浓缩至 10mL 数量。等待制冷后加 5mL 硝酸，再加热浓缩至 10mL 放冷。加 3mL 高录酸，加热至高录酸冒白烟，可在锥形瓶上加小漏斗或调节电热板温度，使消解液在锥形瓶内壁保持回流状态，直至剩下 3 — 4mL 等待放冷。加水 10mL，加 1 滴酚酞指示剂，滴入氢氧化钠溶液呈微红色，再滴入硫酸溶液使微红刚好退去，混匀即可。

4 总磷测定时的工作曲线

取相同的 7 支具塞刻度管，分别加入 0.00、0.50、

1.00、3.00、5.00、10.00、15.0、磷酸盐标准溶液，加水至 25mL，进行测定处理，以水做参比，测定吸光度。

测定总磷的曲线如下：

取相同的磷标准使用液，标准溶液浓度 2.0mg/L。

| 标准溶液( mL ) | 0.00                            | 0.50  | 1.00  | 3.00  | 5.00  | 10.0  | 15.0  |
|------------|---------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 吸光度        | 标样值 ( A <sub>1</sub> )          | 0.005 | 0.037 | 0.065 | 0.188 | 0.306 | 0.596 |
|            | A <sub>1</sub> — A <sub>0</sub> | 0.00  | 0.032 | 0.060 | 0.183 | 0.301 | 0.890 |

已知条件：相关系数 r=1.0

斜率 b=0.0592

截距 a=0.002

回归方程 y=bx+r=0.0592x+0.002

$$\rho ( p ) = ( A - 0.002 ) \cdot 16.9 \cdot 2.0 / V s$$

取 9 天相同天然水样、加标水样、统一标样、空白样

做检测分析表如下：

| 序号 | 分析日期 | 采样（地点） | 取样体积 | 吸光度   |    |    |       | 含量    |
|----|------|--------|------|-------|----|----|-------|-------|
|    |      |        |      | I     | II | 平均 | 空白    |       |
| 1  | 1.1  | 空白     | 50   | 0.007 |    |    |       |       |
| 2  | 1.1  | 空白     | 50   | 0.007 |    |    |       |       |
| 3  | 1.1  | 0.1C   | 50   | 0.096 |    |    | 0.007 | 0.059 |
| 4  | 1.1  | 0.1C   | 50   | 0.095 |    |    | 0.007 | 0.058 |
| 5  | 1.1  | 0.9C   | 50   | 0.803 |    |    | 0.007 | 0.537 |
| 6  | 1.1  | 0.9C   | 50   | 0.804 |    |    | 0.007 | 0.538 |
| 7  | 1.1  | 天然水样   | 50   | 0.526 |    |    | 0.007 | 0.349 |
| 8  | 1.1  | 天然水样   | 50   | 0.528 |    |    | 0.007 | 0.351 |
| 9  | 1.1  | 加标水样   | 50   | 0.620 |    |    | 0.007 | 0.413 |
| 10 | 1.1  | 加标水样   | 50   | 0.620 |    |    | 0.007 | 0.414 |
| 11 | 1.1  | 统一标样   | 50   | 0.631 |    |    | 0.007 | 0.420 |
| 12 | 1.1  | 统一标样   | 50   | 0.630 |    |    | 0.007 | 0.420 |
| 13 | 1.2  | 空白     | 50   | 0.005 |    |    |       |       |
| 14 | 1.2  | 空白     | 50   | 0.005 |    |    |       |       |
| 15 | 1.2  | 0.1C   | 50   | 0.098 |    |    | 0.005 | 0.062 |
| 16 | 1.2  | 0.1C   | 50   | 0.097 |    |    | 0.005 | 0.061 |
| 17 | 1.2  | 0.9C   | 50   | 0.803 |    |    | 0.005 | 0.538 |
| 18 | 1.2  | 0.9C   | 50   | 0.805 |    |    | 0.005 | 0.539 |
| 19 | 1.2  | 天然水样   | 50   | 0.525 |    |    | 0.005 | 0.350 |
| 20 | 1.2  | 天然水样   | 50   | 0.524 |    |    | 0.005 | 0.349 |
| 21 | 1.2  | 加标水样   | 50   | 0.626 |    |    | 0.005 | 0.418 |
| 22 | 1.2  | 加标水样   | 50   | 0.622 |    |    | 0.005 | 0.416 |
| 23 | 1.2  | 统一标样   | 50   | 0.608 |    |    | 0.005 | 0.406 |
| 24 | 1.2  | 统一标样   | 50   | 0.611 |    |    | 0.005 | 0.408 |
| 25 | 1.3  | 空白     | 50   | 0.006 |    |    |       |       |
| 26 | 1.3  | 空白     | 50   | 0.006 |    |    |       |       |
| 27 | 1.3  | 0.1C   | 50   | 0.099 |    |    | 0.006 | 0.062 |
| 28 | 1.3  | 0.1C   | 50   | 0.098 |    |    | 0.006 | 0.061 |
| 29 | 1.3  | 0.9C   | 50   | 0.800 |    |    | 0.006 | 0.535 |
| 30 | 1.3  | 0.9C   | 50   | 0.799 |    |    | 0.006 | 0.535 |

续表

| 序号 | 分析日期 | 采样（地点） | 取样体积 | 吸光度   |    |    |        | 含量    |
|----|------|--------|------|-------|----|----|--------|-------|
|    |      |        |      | I     | II | 平均 | 空白     |       |
| 31 | 1.3  | 天然水样   | 50   | 0.528 |    |    | 0.006  | 0.532 |
| 32 | 1.3  | 天然水样   | 50   | 0.527 |    |    | 0.006  | 0.351 |
| 33 | 1.3  | 加标水样   | 50   | 0.628 |    |    | 0.006  | 0.419 |
| 34 | 1.3  | 加标水样   | 50   | 0.630 |    |    | 0.006  | 0.420 |
| 35 | 1.3  | 统一标样   | 50   | 0.612 |    |    | 0.006  | 0.408 |
| 36 | 1.3  | 统一标样   | 50   | 0.609 |    |    | 0.006  | 0.406 |
| 37 | 1.4  | 空白     | 50   | 0.006 |    |    |        |       |
| 38 | 1.4  | 空白     | 50   | 0.005 |    |    |        |       |
| 39 | 1.4  | 0.1C   | 50   | 0.095 |    |    | 0.0055 | 0.059 |
| 40 | 1.4  | 0.1C   | 50   | 0.098 |    |    | 0.0055 | 0.061 |
| 41 | 1.4  | 0.9C   | 50   | 0.800 |    |    | 0.0055 | 0.536 |
| 42 | 1.4  | 0.9C   | 50   | 0.799 |    |    | 0.0055 | 0.535 |
| 43 | 1.4  | 天然水样   | 50   | 0.523 |    |    | 0.0055 | 0.348 |
| 44 | 1.4  | 天然水样   | 50   | 0.525 |    |    | 0.0055 | 0.350 |
| 45 | 1.4  | 加标水样   | 50   | 0.622 |    |    | 0.0055 | 0.415 |
| 46 | 1.4  | 加标水样   | 50   | 0.624 |    |    | 0.0055 | 0.417 |
| 47 | 1.4  | 统一标样   | 50   | 0.612 |    |    | 0.0055 | 0.409 |
| 48 | 1.4  | 统一标样   | 50   | 0.608 |    |    | 0.0055 | 0.406 |
| 49 | 1.5  | 空白     | 50   | 0.007 |    |    |        |       |
| 50 | 1.5  | 空白     | 50   | 0.007 |    |    |        |       |
| 51 | 1.5  | 0.1C   | 50   | 0.099 |    |    | 0.007  | 0.061 |
| 52 | 1.5  | 0.1C   | 50   | 0.102 |    |    | 0.007  | 0.063 |
| 53 | 1.5  | 0.9C   | 50   | 0.803 |    |    | 0.007  | 0.537 |
| 54 | 1.5  | 0.9C   | 50   | 0.800 |    |    | 0.007  | 0.535 |
| 55 | 1.5  | 天然水样   | 50   | 0.525 |    |    | 0.007  | 0.349 |
| 56 | 1.5  | 天然水样   | 50   | 0.527 |    |    | 0.007  | 0.350 |
| 57 | 1.5  | 加标水样   | 50   | 0.622 |    |    | 0.007  | 0.414 |
| 58 | 1.5  | 加标水样   | 50   | 0.624 |    |    | 0.007  | 0.416 |
| 59 | 1.5  | 统一标样   | 50   | 0.606 |    |    | 0.007  | 0.404 |
| 60 | 1.5  | 统一标样   | 50   | 0.608 |    |    | 0.007  | 0.405 |
| 61 | 1.6  | 空白     | 50   | 0.005 |    |    |        |       |
| 62 | 1.6  | 空白     | 50   | 0.006 |    |    |        |       |
| 63 | 1.6  | 0.1C   | 50   | 0.097 |    |    | 0.0055 | 0.061 |
| 64 | 1.6  | 0.1C   | 50   | 0.094 |    |    | 0.0055 | 0.058 |
| 65 | 1.6  | 0.9C   | 50   | 0.803 |    |    | 0.0055 | 0.538 |
| 66 | 1.6  | 0.9C   | 50   | 0.799 |    |    | 0.0055 | 0.535 |
| 67 | 1.6  | 天然水样   | 50   | 0.527 |    |    | 0.0055 | 0.351 |
| 68 | 1.6  | 天然水样   | 50   | 0.528 |    |    | 0.0055 | 0.352 |
| 69 | 1.6  | 加标水样   | 50   | 0.628 |    |    | 0.0055 | 0.419 |
| 70 | 1.6  | 加标水样   | 50   | 0.623 |    |    | 0.0055 | 0.416 |
| 71 | 1.6  | 统一标样   | 50   | 0.608 |    |    | 0.0055 | 0.406 |
| 72 | 1.6  | 统一标样   | 50   | 0.609 |    |    | 0.0055 | 0.407 |
| 73 | 1.7  | 空白     | 50   | 0.007 |    |    |        |       |
| 74 | 1.7  | 空白     | 50   | 0.007 |    |    |        |       |
| 75 | 1.7  | 天然水样   | 50   | 0.525 |    |    | 0.007  | 0.349 |
| 76 | 1.7  | 天然水样   | 50   | 0.524 |    |    | 0.007  | 0.348 |
| 77 | 1.7  | 天然水样   | 50   | 0.527 |    |    | 0.007  | 0.350 |
| 78 | 1.7  | 天然水样   | 50   | 0.525 |    |    | 0.007  | 0.349 |

| 续表 |      |        |      |       |       |       |        |       |
|----|------|--------|------|-------|-------|-------|--------|-------|
| 序号 | 分析日期 | 采样（地点） | 取样体积 | 吸光度   |       |       |        | 含量    |
|    |      |        |      | I     | II    | 平均    | 空白     |       |
| 79 | 1.8  | 空白     | 50   | 0.006 | 0.007 | 0.065 |        |       |
| 80 | 1.8  | 天然水样   | 50   | 0.527 |       |       | 0.0065 | 0.351 |
| 81 | 1.8  | 天然水样   | 50   | 0.526 |       |       | 0.0065 | 0.350 |
| 82 | 1.8  | 天然水样   | 50   | 0.529 |       |       | 0.0065 | 0.352 |
| 83 | 1.8  | 天然水样   | 50   | 0.525 |       |       | 0.0065 | 0.349 |
| 84 | 1.9  | 空白     | 50   | 0.007 | 0.007 | 0.007 |        |       |
| 85 | 1.9  | 天然水样   | 50   | 0.526 |       |       | 0.007  | 0.349 |
| 86 | 1.9  | 天然水样   | 50   | 0.528 |       |       | 0.007  | 0.351 |
| 87 | 1.9  | 天然水样   | 50   | 0.527 |       |       | 0.007  | 0.350 |
| 88 | 1.9  | 天然水样   | 50   | 0.525 |       |       | 0.007  | 0.349 |

5 精密度偏性检验如下

加标回收率检验

| 空白批内标准差及检测限 |                                                 |                       | 项 目   | 说 明                                          | 结果   |
|-------------|-------------------------------------------------|-----------------------|-------|----------------------------------------------|------|
| 项目          | 说明                                              | 结果                    | 平均回收率 | 见上表                                          | 100% |
| 空白批内标准差 Swb | $\sqrt{\frac{\sum x^2 - 1/n \sum X^2}{m(n-1)}}$ | $4.08 \times 10^{-2}$ |       |                                              |      |
| 零浓度标准差      | $\sqrt{2}x \times Swb$                          | $5.77 \times 10^{-4}$ |       |                                              |      |
| 检测限         | $2t_f \times \sqrt{2}x \times Swb$              | $2.24 \times 10^{-3}$ |       |                                              |      |
|             |                                                 |                       | 回 收 率 | 当 $95\% < \bar{P} < 105\%$ 时; $\bar{P}$ 合格 是 | 是    |
|             |                                                 |                       | 合格检验  | 当 $\bar{P}$ 在此范围之外时; $\bar{P}$ 不合格 否         |      |

| 分析批内批间变异，检验总标准差  |                                                                                                     |                       |                       |                       |                       |                       |
|------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| 项目               | 说 明                                                                                                 | 0.1C                  | 0.9C                  | 天然水样                  | 加标水样                  | 统一标样                  |
| 批内变异（a）          | $\sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n x(x_{ij} - \bar{x}_i)^2 / [m(n-1)]$                                      | $1.67 \times 10^{-6}$ | $1.25 \times 10^{-6}$ | $1.00 \times 10^{-6}$ | $1.92 \times 10^{-6}$ | $1.58 \times 10^{-6}$ |
| 批间变异（b）          | $\sum_{i=1}^m n i (\bar{x}_i - \bar{X})^2 / m(n-1)$                                                 | $4.40 \times 10^{-6}$ | $3.58 \times 10^{-6}$ | $2.40 \times 10^{-6}$ | $9.1 \times 10^{-6}$  | $6.31 \times 10^{-6}$ |
| 变异显著性检验（F）<br>检验 | 当 $b/a < F_{0.05}$ 时；无显著性差异<br>当 $F_{0.05} b/a < F_{0.01}$ 时；显著性证据不足<br>当 $b/a < F_{0.01}$ 时；有显著性差异 | N                     |                       |                       |                       |                       |
| 总变异 f            | $a + (b-a) / n$                                                                                     | $3.04 \times 10^{-6}$ | $2.42 \times 10^{-6}$ | $1.70 \times 10^{-6}$ | $5.51 \times 10^{-6}$ | $3.23 \times 10^{-5}$ |
| 总标准差 St          | $\sqrt{f}$                                                                                          | $1.74 \times 10^{-3}$ | $1.56 \times 10^{-3}$ | $1.30 \times 10^{-3}$ | $2.35 \times 10^{-3}$ | $5.68 \times 10^{-3}$ |
| 指标检出限 w          | 测得浓度的 5% 或检出限两者的最大值为 w                                                                              | $3.0 \times 10^{-3}$  | $2.68 \times 10^{-2}$ | $1.75 \times 10^{-2}$ | $2.08 \times 10^{-2}$ | $2.04 \times 10^{-2}$ |
| 总标准差检验           | 当 $St < w$ 时，总标准差合格<br>当 $St > w$ 时，总标准差不合格                                                         | 是                     | 是                     | 是                     | 是                     | 是                     |

6 实验室质量控制考核与比对试验内控表如下

|    |                |       |       |       |       |       |       |           |       |  |   |
|----|----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----------|-------|--|---|
| 标准 | A              | 0.005 | 0.037 | 0.065 | 0.188 | 0.306 | 0.596 | 0.895     |       |  |   |
| 曲线 | C              | 0.00  | 0.020 | 0.040 | 0.120 | 0.200 | 0.400 | 0.600     | 测定上线  |  | r |
| 批数 |                |       | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6         |       |  |   |
| 空白 | A <sub>1</sub> | 0.007 | 0.005 | 0.006 | 0.006 | 0.007 | 0.005 | $\bar{X}$ | S     |  |   |
|    | A <sub>2</sub> | 0.007 | 0.005 | 0.006 | 0.005 | 0.007 | 0.006 |           |       |  |   |
|    | C <sub>1</sub> | 0.003 | 0.002 | 0.003 | 0.003 | 0.003 | 0.002 | 0.003     | 0.006 |  |   |
|    | C <sub>2</sub> | 0.003 | 0.002 | 0.003 | 0.002 | 0.003 | 0.003 |           |       |  |   |

|      |                |       |       |       |       |       |       |       |        |
|------|----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
|      |                |       |       |       |       |       |       |       | 续表     |
| 0.1C | C <sub>1</sub> | 0.059 | 0.062 | 0.062 | 0.059 | 0.061 | 0.061 | 0.060 | 0.0017 |
|      | C <sub>2</sub> | 0.058 | 0.061 | 0.061 | 0.061 | 0.063 | 0.058 |       |        |
| 0.9C | C <sub>1</sub> | 0.537 | 0.538 | 0.535 | 0.536 | 0.537 | 0.538 | 0.536 | 0.0015 |
|      | C <sub>2</sub> | 0.537 | 0.539 | 0.535 | 0.535 | 0.535 | 0.535 |       |        |
| 天然水样 | C <sub>1</sub> | 0.349 | 0.350 | 0.325 | 0.348 | 0.349 | 0.351 | 0.350 | 0.0013 |
|      | C <sub>2</sub> | 0.351 | 0.349 | 0.351 | 0.350 | 0.350 | 0.352 |       |        |
| 加标水样 | C <sub>1</sub> | 0.413 | 0.418 | 0.419 | 0.415 | 0.414 | 0.419 | 0.416 | 0.0023 |
|      | C <sub>2</sub> | 0.414 | 0.416 | 0.420 | 0.417 | 0.416 | 0.416 |       |        |
| 统一标样 | C <sub>1</sub> | 0.420 | 0.406 | 0.408 | 0.409 | 0.404 | 0.406 | 0.409 | 0.0054 |
|      | C <sub>2</sub> | 0.420 | 0.408 | 0.406 | 0.406 | 0.405 | 0.407 |       |        |

7 质量控制与对比实验内控结果

$$S_{空白} = \sqrt{\frac{\sqrt{\frac{[(0.003-0.003)^2+(0.003-0.003)^2]+[(0.002-0.003)^2+(0.002-0.003)^2]+[(0.003-0.003)^2+(0.003-0.002)^2]+[(0.003-0.003)^2+(0.002-0.003)^2]+[(0.003-0.003)^2+(0.003-0.003)^2]+[(0.002-0.003)^2+(0.003-0.003)^2]}{11}}}{11}} = \sqrt{3.64 \times 10^{-7}} = 0.0006$$

$$S_{空白} = \sqrt{\frac{\sqrt{\frac{[(0.059-0.060)^2+(0.058-0.060)^2]+[(0.062-0.060)^2+(0.061-0.060)^2]+[(0.062-0.060)^2+(0.061-0.060)^2]+[(0.059-0.060)^2+(0.061-0.060)^2]+[(0.061-0.060)^2]+[(0.063-0.060)^2]+[(0.061-0.060)^2+(0.058-0.060)^2]}{11}}}{11}} = \sqrt{2.91 \times 10^{-6}} = 0.0017$$

$$S_{0.9C} = \sqrt{\frac{\sqrt{\frac{[(0.537-0.536)^2+(0.537-0.536)^2]+[(0.538-0.536)^2+(0.539-0.536)^2]+[(0.535-0.536)^2+(0.535-0.536)^2]+[(0.536-0.536)^2+(0.535-0.536)^2]+[(0.537-0.536)^2+(0.535-0.536)^2]+[(0.538-0.536)^2+(0.535-0.536)^2]}{11}}}{11}} = \sqrt{2.27 \times 10^{-6}} = 0.0015$$

$$S_{天} = \sqrt{\frac{\sqrt{\frac{[(0.349-0.350)^2+(0.351-0.350)^2]+[(0.350-0.350)^2+(0.349-0.350)^2]+[(0.352-0.350)^2+(0.351-0.350)^2]+[(0.348-0.350)^2+(0.350-0.350)^2]+[(0.349-0.350)^2+(0.350-0.350)^2]+[(0.351-0.350)^2+(0.352-0.350)^2]}{11}}}{11}} = \sqrt{1.64 \times 10^{-6}} = 0.0013$$

$$S_{加} = \sqrt{\frac{\sqrt{\frac{[(0.413-0.416)^2+(0.414-0.416)^2]+[(0.418-0.416)^2+(0.416-0.416)^2]+[(0.419-0.416)^2+(0.420-0.416)^2]+[(0.415-0.416)^2+(0.417-0.416)^2]+[(0.416-0.416)^2+(0.416-0.416)^2]+[(0.419-0.416)^2+(0.416-0.416)^2]}{11}}}{11}} = \sqrt{5.18 \times 10^{-6}} = 0.0023$$

$$S_{统} = \sqrt{\frac{\sqrt{\frac{[(0.420-0.409)^2+(0.420-0.409)^2]+[(0.406-0.409)^2+(0.408-0.409)^2]+[(0.408-0.409)^2+(0.406-0.409)^2]+[(0.409-0.409)^2+(0.406-0.409)^2]+[(0.404-0.409)^2+(0.405-0.409)^2]+[(0.406-0.409)^2+(0.407-0.409)^2]}{11}}}{11}} = \sqrt{2.95 \times 10^{-5}} = 0.0054$$

8 质控图

表一

| 分析方法  |       | 钼酸铵分光光度法 |       |       |       | 浓度单位  |       |       | mg/L  |       |       |
|-------|-------|----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| n     | 1     | 2        | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     | 9     | 10    | 11    |
| x     | 0.349 | 0.351    | 0.350 | 0.349 | 0.352 | 0.351 | 0.348 | 0.350 | 0.349 | 0.350 | 0.351 |
| 0.352 | 0.349 | 0.348    | 0.350 | 0.349 | 0.351 | 0.350 | 0.352 | 0.349 | 0.349 | 0.351 | 0.350 |
| x     | 0.349 |          |       |       |       |       |       |       |       |       |       |

质控图的计算：

$$\bar{X} = 0.350 \quad S = 0.0012$$

$$\bar{X} + S = 0.351 \quad \bar{X} - S = 0.349$$

$$\bar{X} + 2S = 0.352 \quad \bar{X} - 2S = 0.348$$

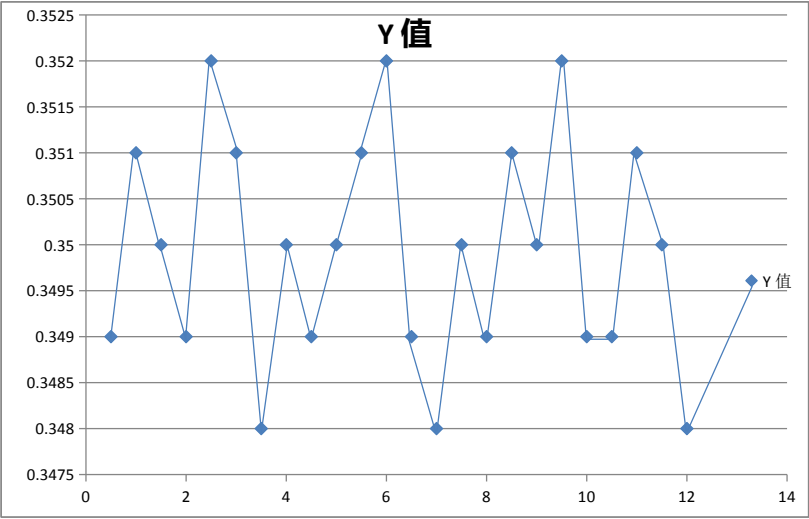
$$\bar{X} + 3S = 0.354 \quad \bar{X} - 3S = 0.346$$

9 结论

用硝酸—高氯酸消解需要再通风橱中进行，高氯酸和

有机物的混合物经加热易发生危险，需将试样先用硝酸消解，然后再加入硝酸—高氯酸进行消解，绝不可把消解的试样蒸干，水样中的有机物用过硫酸钾氧化不能完全破坏时，可用此法消解。

精密度与准确度中，实验室内相同对标准偏差 0.75%，再现性实验室间相对标准偏差为 1.5%，准确度相对误差为 +1.9%。



表二

参考文献

[1] 张胜军. 钼酸铵分光光度法测定总磷的应用分析[J]. 中国资源综合利用, 2025, 43(04): 51-53. DOI: CNKI: SUN: ZWZS. 0. 2025-04-011.

[2] 赵飞燕. 钼酸铵分光光度法测定总磷精密度偏性试验分析评价[J]. 山西水利, 2023, (05): 23-25. DOI: CNKI: SUN: SXLS. 0. 2023-05-015.

[3] 李春芳, 钟悦, 蒙健娇, 等. 水质总磷的测定——钼酸铵分光光度法中三种消解方法的比对分析[J]. 山东化工, 2022, 51(19): 139-143. DOI: 10.19319/j.cnki.issn.1008-021x.2022.19.004.