ICS 71.040.40
G 76

中华人民共和国国家标准

GB/T 6913—2008
代替GB/T 6913.1—6913.2—1986

锅炉用水和冷却水分析方法 磷酸盐的测定

Analysis of water used in boiler and cooling system—Determination of phosphorus

(ISO 6878:2004, Water quality—Determination of phosporus—Ammonium molybdate spectrometric method, NEQ)

2008-04-01 发布　　2008-09-01 实施

前　言

本标准对应于 ISO 6878:2004《水质　磷的测定　钼酸铵分光光度法》(英文版),与 ISO 6878:2004 的一致性程度为非等效。

本标准同时代替 GB/T 6913.1—1986《锅炉用水和冷却水分析方法　磷酸盐的测定　正磷酸盐》。

锅炉用水和冷却水分析方法
磷酸盐的测定

1 范围

本标准规定了锅炉用水和冷却水中正磷酸盐、总无机磷酸盐、总磷酸盐含量的测定

500 mL 水中，定量转移至 1 L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

3.2.6 磷标准溶液：1 mL 含有 0.02 mg PO_4^{3-}。

取 20.00 mL 磷标准贮备溶液(3.2.5)于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

3.3 仪器、设备

3.3.1 分光光度计：带有厚度为 1 cm 的吸收池。

3.4 分析步骤

3.4.1 试样的制备

现场取约 250 mL 实验室样品经中速滤纸过滤后贮存于 500 mL 烧杯中即制成试样(可参照附录 C)。

3.4.2 校准曲线的绘制

分别取 0 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL、8.00 mL 磷标准溶液于 9 个 50 mL 容量瓶中，用水稀释至约 40 mL。依次加入 2.0 mL 钼酸铵溶液、1.0 mL 抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀，于室温下放置 10 min。在分光光度计 710 nm 处，用 1 cm 吸收池，以空白调零测吸光度。以测得的吸光度为纵坐标，相对应的 PO_4^{3-} 量(μg)为横坐标绘制校准曲线。

3.4.3 正磷酸盐含量的测定

参照附录 A 移取适量体积的试样(3.4.1)于 50 mL 容量瓶中，加入 2.0 mL 钼酸铵溶液，1.0 mL 抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀，室温下放置 10 min。在分光光度计 710 nm 处，用 1 cm 吸收池，以不加试验溶液的空白调零测吸光度。

试验过程中，如存在附录 B 所给出的一些干扰，可采取相应措施消除。

3.5 结果计算

正磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量浓度 ρ_1 计，数值以 mg/L 表示，按式(1)计算：

$$\rho_1 = \frac{m_1}{V_1} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

m_1——从校准曲线上查得的 PO_4^{3-} 的量的数值，单位为微克(μg)；

V_1——移取试验溶液体积的数值，单位为毫升(mL)。

3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.10 mg/L。

4 总无机磷酸盐含量的测定

4.1 方法提要

在酸性溶液中，聚磷酸盐水解成正磷酸盐，正磷酸盐与钼酸铵反应生成黄色的磷钼杂多络合物，再用抗坏血酸还原成磷钼蓝，于 710 nm 最大吸收波长处分光光度法测定。

反应式同 3.1。

4.2 试剂和材料

同 3.2 和下列试剂。

4.2.1 氢氧化钠溶液：80 g/L。

称取 20 g 氢氧化钠，精确至 0.5 g，溶于 250 mL 水中，摇匀，贮存于塑料瓶中。

4.2.2 硫酸溶液：1＋35。

4.3 仪器、设备

4.3.1 分光光度计：带有厚度为 1 cm 的吸收池。

4.4 分析步骤

参照附录 A，移取适量体积的试样(3.4.1)至 100 mL 锥形瓶中，用水稀释至约 40 mL。加硫酸溶

液(4.2.2)1 mL，小火煮沸至近干，冷却后转移至50 mL容量瓶中，加入2.0 mL钼酸铵溶液，1.0 mL抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀，室温下放置10 min。在分光光度计710 nm处，用1 cm吸收池，以空白调零测吸光度。

试验过程中，如存在附录B所给出的一些干扰，可采取相应措施消除。

4.5 结果计算

总无机磷酸盐(以PO_4^{3-}计)含量以质量浓度ρ_2计，数值以mg/L表示，按式(2)计算：

$$\rho_2 = \frac{m_2}{V_2} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

m_2——从校准曲线(3.4.2)上查得的PO_4^{3-}的量的数值，单位为微克(μg)；

V_2——移取试验溶液体积的数值，单位为毫升(mL)。

4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应符合表1的规定。

表1

总无机磷酸盐含量/(mg/L)	允许差/(mg/L)
≤10.00	≤0.50
>10.00	≤1.00

5 总磷酸盐含量的测定

5.1 方法提要

在酸性溶液中，用过硫酸钾作分解剂，将聚磷酸盐和有机磷转化为正磷酸盐，正磷酸盐与钼酸铵反应生成黄色的磷钼锑络合物，再用抗坏血酸还原成磷钼蓝，于710 nm最大吸收波长处用分光光度法测定。

反应式同3.1。

5.2 试剂和材料

同4.2和下列试剂。

5.2.1 过硫酸钾溶液：40 g/L。

称取20 g过硫酸钾，精确至0.5 g，溶于500 mL水中，摇匀，贮存于棕色瓶中。该溶液有效期为1个月。

5.3 仪器、设备

5.3.1 分光光度计：带有厚度为1 cm的吸收池。

5.4 分析步骤

参照附录A，移取适量体积的试样(3.4.1)于100 mL锥形瓶中，加入1.0 mL硫酸溶液(4.2.2)，使pH值小于1。5.0 mL过硫酸钾溶液，小火煮沸近30 min。煮沸时，随时添加水使体积保持在25 mL～30 mL之间，冷却。用氢氧化钠溶液将pH值调节至3～10，转移至50 mL容量瓶中。加入2.0 mL钼酸铵溶液、1.0 mL抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀，于室温下放置10 min。在分光光度计710 nm处，用1 cm吸收池，以空白调零测吸光度。

试验过程中，如存在附录B所给出的一些干扰，可采取相应措施消除。

5.5 分析结果的表述

5.5.1 总磷酸盐(以PO_4^{3-}计)含量以质量浓度ρ_3计，数值以mg/L表示，按式(3)计算：

$$\rho_3 = \frac{m_3}{V_3} \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

m_3——从校准曲线(3.4.2)上查得的 PO_4^{3-} 的量的数值，单位为微克(μg)；

V_3——移取试验溶液体积的数值，单位为毫升(mL)。

5.5.2 有机膦酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量浓度 ρ_4 计，数值以 mg/L 表示，按式(4)计算：

$$\rho_4 = \rho_3 - \rho_2 \quad \cdots\cdots(4)$$

式中：

ρ_3——总磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量的数值，单位为毫克每升(mg/L)；

ρ_2——总无机磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量的数值，单位为毫克每升(mg/L)。

5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应符合表 2 的规定。

表 2

总磷酸盐含量/(mg/L)	允许差/(mg/L)

附 录 A
（资料性附录）
检测剂量范围的规定

标准中移取试样的量见表 A.1。

表 A.1

试样磷含量（以 PO_4^{3-} 计）/(mg/L)	移取试样溶液的体积/mL	吸收池厚度/cm

附 录 B
（资料性附录）
干 扰 实 验

B.1 硅酸盐

[illegible]/L 以内的硅酸盐质量浓度不会干扰，然而，更高质量浓度的硅酸盐会引起吸光度的增加。

30 min 的反应时间后，获得表 B.1 的值。

表 B.1 硅酸盐离子对分析结果的影响

[illegible]	[illegible]

附 录 C
（资料性附录）
分析过程中应注意的事项

C.1 实验室样品的过滤

应尽可能快地过滤和分析实验室样品，过滤时间不能超过 10 min。如过滤时间过长则滤纸有可能对磷化合物产生吸附，从而不能保证所有的磷化合物从滤纸上滤过。另外，过滤时间过长会造成聚磷化合物的水解。如果实验室样品温度低于室温，则过滤前应使其恢复至室温。过滤时应弃去开始的 10 mL 滤液。

C.2 玻璃器皿的清洗

用于显色过程的玻璃器皿应经常用 2 mol/L 的氢氧化钠溶液清洗，以除去有色沉淀物。这些有色

C.3 吸收池的校正

分析试样前，必须对吸收池进行校正，消除不同吸收池之间的差异。

C.4 有机磷化合物的分解

在大量有机物质存在的情况下，使用过硫酸钾分解效果差，这时应使用硝酸和高氯酸分解有机物。操作如下：准确移取一定体积的试验溶液，加入 2 mL 硝酸、1 mL 高氯酸于可调电炉上加热至不出褐色

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锅炉用水和冷却水分析方法
磷酸盐的测定
GB/T 6913—2008
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话 68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷
*
书号:155066·1·31651 定价 14.00 元