



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

水处理剂分析方法 第1部分：磷含量的测定

Analysis of water treatment chemicals—Part 1: Determination of phosphorus

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T XXXXX《水处理剂分析方法》的第1部分。GB/T XXXXX已经发布了以下部分：

——第1部分：磷含量的测定；

——第2部分：砷、汞、镉、铬、铅、镍、铜含量的测定 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

水处理剂分析方法 第 1 部分：磷含量的测定

警告：本文件所使用的强酸具有腐蚀性，使用时避免吸入或接触皮肤。溅到身上立即用大量水冲洗，严重时立即就医。

1 范围

本文件描述了水处理剂中磷含量的测定——分光光度法。

本文件适用于水处理剂中正磷酸盐、总无机磷酸盐、总磷酸盐含量小于10%（以 PO_4^{3-} 计）的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 正磷酸盐含量的测定

4.1 方法提要

在酸性条件下，正磷酸和钼酸铵反应生成黄色的磷钼杂多酸，用抗坏血酸还原成磷钼蓝，使用分光光度计，于最大吸收波长（710 nm）处测定吸光度。

4.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯及以上试剂。

4.2.1 水：GB/T 6682—2008，三级。

4.2.2 钼酸铵溶液：26 g/L。称取 13 g 钼酸铵溶于 200 mL 水中，加入 0.5 g 酒石酸锑钾和 120 mL 硫酸，冷却后用水稀释至 500 mL，混匀。贮存于棕色瓶中，有效期两个月。

4.2.3 抗坏血酸溶液：20 g/L。称取 10 g 抗坏血酸溶于约 50 mL 水中，加入 0.20 g 乙二胺四乙酸二钠及 8 mL 甲酸，用水稀释至 500 mL，混匀。贮存于棕色瓶中，有效期 15 d。

4.2.4 磷酸盐标准贮备溶液（以 PO_4^{3-} 计）：100mg/L。按 GB/T 602—2002 中表 1 进行配制。

4.2.5 磷酸盐标准溶液（以 PO_4^{3-} 计）：20mg/L。移取 20.00 mL 磷酸盐标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

4.3 仪器设备

分光光度计：带有厚度为1cm的吸收池。

4.4 试验步骤

4.4.1 校准曲线的绘制

在六个50 mL容量瓶中，分别加入0.00 mL（试剂空白）、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL磷酸盐标准溶液。分别加水至约25 mL，各加2.0 mL钼酸铵溶液、3.0 mL抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀，室温放置10 min。使用分光光度计，用1 cm吸收池，在710 nm波长处，以试剂空白为参比测量其吸光度。以磷酸根的质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线并计算回归方程。

4.4.2 测定

称取约4 g试样，精确至0.2 mg，加水溶解，全部转移到250 mL容量瓶中，用水稀释到刻度，摇匀。移取25.00 mL，置于50 mL容量瓶中，加水至约25 mL。以下按4.4.1从“各加2.0 mL钼酸铵溶液……”至“……以试剂空白为参比测量其吸光度”操作。

4.5 结果计算

水处理剂中正磷酸盐（以 PO_4^{3-} 计）含量（ w_1 ）以质量分数表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{m_1 V \times 10^{-3}}{m V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——根据测得的试液吸光度从校准曲线上查出或按回归方程计算出的磷酸根的质量，单位为毫克（mg）；

V ——溶解试样的体积，单位为毫升（mL）（ $V=250$ ）；

V_1 ——移取试样溶液的体积，单位为毫升（mL）（ $V_1=25$ ）；

m ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位。

5 总无机磷酸盐含量的测定

5.1 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锑络合物，再用抗坏血酸还原成磷钼蓝，于710nm最大吸收波长处用分光光度法测定。

5.2 试剂或材料

5.2.1 硫酸溶液：1+3。

5.2.2 氢氧化钠溶液：80g/L。

5.2.3 其他试剂：同4.2。

5.3 仪器设备

分光光度计：带有厚度为1cm的吸收池。

5.4 试验步骤

称取约4 g试样，精确至0.2 mg，加水溶解，全部转移到250 mL容量瓶中，用水稀释到刻度，摇匀。移取10.00mL至100mL锥形瓶中，用水稀释至约40mL。加硫酸溶液（1+3）1mL，置于电炉上保持微沸约30min，定期补水使溶液体积保持在25mL~30mL。冷却后，用氢氧化钠溶液调节pH至3~10，转移至50mL容量瓶中。加入2.0mL钼酸铵溶液，3.0mL抗坏血酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀，室温下放置10min。在分光光度计710nm处，用1cm吸收池，以空白为参比测量吸光度。

5.5 结果计算

水处理剂中总无机磷酸盐（以 PO_4^{3-} 计）含量（ w_2 ）以质量分数计，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 V \times 10^{-3}}{m V_1} \times 100\% \dots \dots \dots (2)$$

式中：

m_1 ——根据测得的试液吸光度从校准曲线上查出或按回归方程计算出的磷酸根的质量，单位为毫克（mg）；

V ——溶解试样的体积，单位为毫升（mL）（ $V=250$ ）；

V_1 ——移取试样溶液的体积，单位为毫升（mL）（ $V_1=10$ ）；

m ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位。

6 总磷酸盐含量的测定

6.1 方法提要

在酸性条件下，用过硫酸钾作分解剂，将聚磷酸盐和有机磷酸盐转化为正磷酸盐，正磷酸盐与钼酸铵反应生成黄色的磷钼杂多酸，再用抗坏血酸还原成磷钼蓝，使用分光光度计，于最大吸收波长（710nm）处测定吸光度。

6.2 试剂或材料

6.2.1 硫酸溶液：1+35。

6.2.2 氢氧化钠溶液：80g/L。

6.2.3 过硫酸钾溶液：40g/L。称取 20 g 过硫酸钾溶于 500mL 水中，混匀。贮存于棕色瓶中，有效期一个月。

6.2.4 其他试剂：同 4.2。

6.3 仪器设备

分光光度计：带有厚度为1cm的吸收池。

6.4 试验步骤

称取约4g试样，精确至0.0002g。加水溶解，然后全部转移至250mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。再吸取10mL上述溶液于500mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，此为试液A。用移液管移取5.00mL试液A，

置于100mL锥形瓶中,加入1.0mL硫酸溶液、5.0mL过硫酸钾溶液,用水调整锥形瓶中溶液体积至约40mL,置于可调电炉上缓缓煮沸并保持微沸约30min,定期补水使溶液体积保持在25mL~30mL。冷却后,用氢氧化钠溶液调节pH至3~10,全部转移至50mL容量瓶中。加入2.0mL钼酸铵溶液、3.0mL抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,于室温下放置10min。使用分光光度计,用1cm的吸收池,于710nm波长处,以试剂空白为参比测量吸光度。

6.5 结果计算

水处理剂中总磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量(w_3)以质量分数计,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{f m_1 V \times 10^{-3}}{m V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

f ——试液A的稀释倍数($f=500/10$);

m_1 ——根据测得的试液吸光度从校准曲线上查出或按回归方程计算出的磷酸根的质量,单位为毫克(mg);

V ——溶解试样的体积,单位为毫升(mL)($V=250$);

V_1 ——移取试液A的体积,单位为毫升(mL)($V_1=5$);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

水处理剂中有机磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量(w_4)以质量分数计,按式(4)计算:

$$w_4 = w_3 - w_2 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_3 ——根据式(3)计算出的总磷酸盐含量;

w_2 ——根据式(2)计算出的总无机磷酸盐含量。

计算结果表示到小数点后两位。

7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.30%。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 本文件的编号;
- 测定所使用的方法;
- 试验结果;
- 测定过程中存在的任何异常情况;
- 试验日期、试验报告出具日期、实验室名称和地址。