



中华人民共和国国家标准

GB/T 6913—2008
代替 GB/T 6913.1~6913.3—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 phosphorus—Ammonium molybdate spectrometric method, NEQ)

2008-04-01 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会



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》、GB/T 6913.2—1986《锅炉用水和冷却水分析方法 磷酸盐的测定 总无机磷酸盐》和 GB/T 6913.3—1986《锅炉用水和冷却水分析方法 磷酸盐的测定 总磷酸盐》。

本标准与 GB/T 6913.1—1986、GB/T 6913.2—1986 和 GB/T 6913.3—1986 相比主要变化如下:

- 将 GB/T 6913.1—1986、GB/T 6913.2—1986 和 GB/T 6913.3—1986 的标准内容进行了修改和合并;
- 将使用的还原剂“氯化亚锡”和“硫酸胂”均改为“抗坏血酸”;
- 波长由“660 nm”改为“710 nm”;
- 测定总磷酸盐时,采用“过硫酸钾溶液”做氧化剂代替“过硫酸铵-硫酸钠分解剂”。

本标准附录 A、附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准负责起草单位:济源市清源实业有限公司、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:王志清、朱传俊、白莹、李琳。

本标准所代替标准的版本发布情况为:

- GB/T 6913.1—1986;
- GB/T 6913.2—1986;
- GB/T 6913.3—1986。

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。

本标准适用于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(以 PO_4^{3-} 计)在 0.05 mg/L~50 mg/L 的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

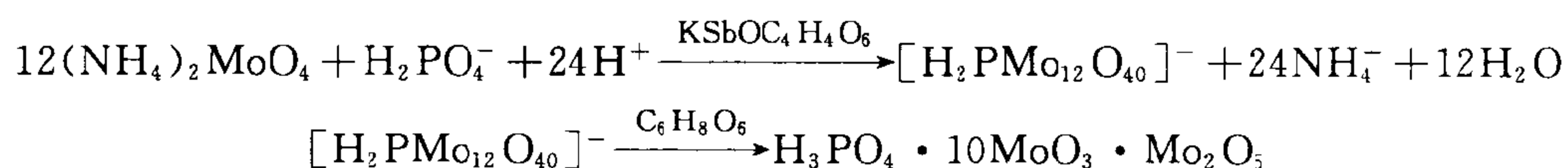
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

3 正磷酸盐含量的测定

3.1 方法提要

在酸性条件下,正磷酸盐与钼酸铵溶液反应生成黄色的磷钼盐络合物,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。

反应式为:



3.2 试剂和材料

本标准所用试剂和水,除非另有规定,应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。

试验中所需制剂及制品,在没有特殊注明时,按 GB/T 603 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸或强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

3.2.1 磷酸二氢钾。

3.2.2 硫酸溶液:1+1。

3.2.3 抗坏血酸溶液:100 g/L。

溶解 10 g±0.5 g 抗坏血酸于 100 mL±5 mL 水中,摇匀,贮存于棕色瓶中,在冰箱中可稳定放置 2 周。

3.2.4 钼酸铵溶液:26 g/L。

称取 13 g 钼酸铵,精确至 0.5 g,称取 0.35 g 酒石酸锑钾($\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$),精确至 0.01 g,溶于 200 mL 水中,加入 230 mL 硫酸溶液,混匀,冷却后用水稀释至 500 mL,混匀,贮存于棕色瓶中(有效期 2 个月)。

3.2.5 磷标准贮备溶液:1 mL 含有 0.5 mg PO_4^{3-} 。

称取 0.716 5 g 预先在 100℃~105℃ 干燥并已恒重过的磷酸二氢钾,精确至 0.2 mg,溶于约

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:

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

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钨络合物,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:

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

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:

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

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 有机磷酸盐(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:

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

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)
≤ 10.00	≤ 0.50
> 10.00	< 1.00



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)	移取实验溶液的体积/mL	吸收池厚度/cm
0~5.0	12~40	1
5.0~10.0	6~12	1
10.0~20.0	3~6	1

如遇到含 PO_4^{3-} 高于 20 mg/L 的试验溶液,可通过稀释该试验溶液后再进行测定。

附录 B
(资料性附录)
干扰实验

B.1 硅酸盐

5 mg/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

硅酸盐质量浓度(以 Si 计)/(mg/L)	对应于磷酸盐的质量浓度(以 P 计)/(mg/L)
10	0.005
25	0.015
50	0.025

B.2 砷酸盐

砷酸盐能产生与正磷酸盐产生的相似的颜色。这种干扰可采用使用硫代硫酸钠将砷酸盐还原成亚砷酸盐来消除。

B.3 硫化硫黄

硫质量浓度在 2 mg/L 以内是可以容许的。高质量浓度的硫可通过酸化样品操作通过氮气还原成可接受浓度。

B.4 氟化物

70 mg/L 以内的氟化物是可以容许的。质量浓度超过 200 mg/L 的氟会抑制显色。

B.5 过渡金属

B.5.1 铁能够影响颜色深度,但 10 mg/L 水平的铁产生的影响小于 5%。由钒酸盐引起的颜色的加深是呈线性的,而且 10 mg/L 的钒酸盐这种影响约为 5%。

B.5.2 Cr(Ⅲ)和 Cr(Ⅵ)的质量浓度在 10 mg/L 以内不产生干扰,但当 Cr 的质量浓度在 50 mg/L 的时候,吸光度增加约为 5%。

B.5.3 10 mg/L 以内的铜不产生干扰。

B.6 海水

盐度变化对颜色深度产生的影响可忽略。

B.7 亚硝酸盐

亚硝酸盐质量浓度超过 3.29 mg/L 时,会引起褪色。稍微过量的氨磺酸能够有效消除亚硝酸盐,100 mg 氨磺酸能够处理 32.9 mg/L 的亚硝酸盐。

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。这些有色沉淀物能在玻璃壁上形成黏膜,从而影响测定准确度。

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蒸气并出现白色晶体。冷却后加水微热,直到获得清晰透明的溶液。最后用 2 mol/L 的氢氧化钠溶液调整溶液 pH 值至 7~9。

C.5 试样的处理及保存

为确保试样不发生变化,取样后最好立即进行测定。不能立即进行测定时应依次加入氯化钠、氯化汞保护试样。使试样溶液中含氯化钠 50 mg/L、氯化汞 40 mg/L,用玻璃瓶贮存于 0℃~4℃ 冰箱中。只测总磷含量则无需顾及试样发生变化。



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
各地新华书店经销

*

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

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 6913—2008