

DB 13

河北省地方标准

DB13/T 2499.3—2017

液态混合物的测定方法 第 3 部分：总磷测定（钼酸铵分光光度法）

2017 - 05 - 17 发布

2017 - 08 - 01 实施

河北省质量技术监督局

发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

DB13/T 2499-2017 《液态混合物的测定方法》分为三个部分：

- 第 1 部分：弹筒发热量测定（氧弹量热法）；
- 第 2 部分：总硫和总氯同步测定（离子色谱法）；
- 第 3 部分：总磷测定（钼酸铵分光光度法）。

本标准是DB13/T 2499-2017的第3部分。

本标准由廊坊市质量技术监督局提出。

本标准起草单位：新奥科技发展有限公司、河北省计量监督检测院廊坊分院。

本标准主要起草人：张彩凌、苗桂珍、王跃、杨瑛、高申、樊文娟、李景。

液态混合物的测定方法 第3部分：总磷测定（钼酸铵分光光度法）

1 范围

本标准规定了液态混合物的测定方法 第3部分：总磷测定（钼酸铵分光光度法）的术语和定义、原理、试剂、溶液制备、仪器和材料、试验步骤、结果计算、重复性。

本标准适用于除低沸点或者挥发性、半挥发性液态混合物外的总磷测定。

当试样质量为5g、定容体积为100mL时，本部分的方法检出限为0.2mg/kg。

在酸性条件下，砷、铬、硫干扰测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

以下术语和定义适用于本文件。

3.1

总磷

总磷包括溶解的、颗粒的、有机的和无机磷。

4 原理

试样中的磷在坩埚中经高温灼烧生成五氧化二磷，与热盐酸反应生成磷酸，后用碱调节pH值转化为磷酸盐。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，立即被抗坏血酸还原，生成蓝色的络合物。用分光光度计在波长700 nm下测定其吸光度，与标准曲线相比计算磷含量。

5 试剂

5.1 总则

本标准所用以下试剂，纯度应为分析纯：

- a) 硫酸， $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ ；
- b) 氢氧化钾；
- c) 磷酸二氢钾；
- d) 抗坏血酸；

- e) 钼酸铵;
- f) 氧化锌;
- g) 酒石酸锑钾。

5.2 水

应符合GB/T 6682-2008中三级水的规定。

6 溶液制备

6.1 盐酸溶液

量取100 mL盐酸与等体积水混合。配制成1+1盐酸溶液。

6.2 硫酸溶液

量取150 mL硫酸与等体积水混合。配制成1+1硫酸溶液。

6.3 氢氧化钾

称取氢氧化钾50 g, 加水50 mL。配制成浓度为50%氢氧化钾溶液。

6.4 抗坏血酸

称取10 g抗坏血酸稀释至100 mL, 配制成浓度为10%抗坏血酸。应贮于棕色的试剂瓶中, 保存于4 °C冰箱中, 如不变色可长时间使用。

6.5 钼酸盐溶液

溶解13 g钼酸铵于100 mL水中, 溶解0.35 g酒石酸锑钾于100 mL水中。在不断搅拌下将钼酸铵溶液缓慢加到300 mL按6.2配制的硫酸溶液中, 加酒石酸锑钾溶液并且混合均匀。贮于棕色试剂瓶中, 保存于4 °C冰箱中可使用两个月。

6.6 磷标准贮备溶液

称取 $(0.219\ 7 \pm 0.001)$ g于110 °C干燥器中干燥2 h, 在干燥器中放冷的磷酸二氢钾, 用水溶解后转移至1000 mL容量瓶中, 加入大约800 mL水, 加5 mL硫酸, 用水稀释至标线并混匀。1.00 mL磷标准贮备溶液应含磷50.0 μ g, 其贮于玻璃瓶中可使用六个月。

6.7 磷标准使用溶液

取10.00 mL按6.6配制的磷标准溶液至250 mL容量瓶中, 用水稀释至标线并混匀, 1.00 mL磷标准使用溶液应含磷2.00 μ g, 使用须新鲜配制。

7 仪器和材料

7.1 可见分光光度计

应具10 mm比色皿, 波长范围: (400~900) nm, 波长准确度: $\leq \pm 1$ nm。

7.2 分析天平

分析天平的分度值为0.1 mg。

7.3 马弗炉

可控制温度，使用温度在555 ℃~600 ℃。

7.4 电炉

温度达到300 ℃~500 ℃且温度可调的电炉。

7.5 瓷坩埚或石英坩埚

规格应为50 mL或100 mL。

7.6 无磷定性滤纸。

8 试验步骤

8.1 试样制备

试样制备方法如下：

- 根据试样中的磷含量，用 7.5 要求的坩埚称取 1.0 g~5.0 g 的试样（精确至 0.000 1 g），加入 0.5 g 5.8 要求的氧化锌平铺于试样上；
- 先在 7.4 要求的高温电炉上缓慢加热至试样变稠，逐渐加热至全部炭化（为防止试样在炭化过程中喷溅，加热前在坩埚内加入一张撕碎的无磷滤纸）；
- 将坩埚送至 550 ℃~600 ℃的马弗炉中灼烧至完全灰化（白色），时间 2 h~4 h；
- 取出坩埚冷却至室温，向坩埚中加入 10 mL 按 6.1 配制的盐酸溶液溶解灰分并放置于电炉上加热至微沸，5 min 后停止加热，待溶解液温度降至室温，将溶解液通过无磷定性滤纸过滤注入 100 mL 容量瓶中，每次用大约 10 mL 热水冲洗坩埚和滤纸共 3~4 次；
- 待容量瓶内滤液冷却到室温后，向容量瓶内滴加 6.3 要求的氢氧化钾至出现混浊，再缓慢滴加盐酸溶液使氧化锌沉淀全部溶解，沉淀溶解后再多加 2 滴；
- 用水稀释定容至刻度，摇匀，待测。不加试样，按照试样制备步骤进行空白实验，制备空白试液。

8.2 绘制工作曲线

绘制工作曲线方法如下：

- 取 7 支 50 mL 具塞比色管分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL 按 6.7 配制的磷酸盐标准使用溶液，加水至 50 mL；
- 再加入 1 mL 按 6.4 配制的抗坏血酸溶液混合，30 s 后再加 2 mL 按 6.5 配制的钼酸盐溶液充分混匀；
- 在室温下放置 15 min 后，在 700 nm 波长下，用 10 mm 的比色皿，以水做参比，测定磷酸盐标准溶液的吸光度。以浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制磷的标准曲线。

8.3 比色

根据试样中的磷含量，用移液管吸取被测液 1 mL~50 mL 于 50 mL 具塞比色管中，定容到 50 mL，先加入 1 mL 抗坏血酸溶液混合，30 s 后加 2 mL 钼酸盐溶液充分混匀，在室温下放置 15 min 后，在 700 nm 波长下，用 10 mm 的比色皿，以空白试液做参比，测定吸光度，从工作曲线上查得被测液的磷的浓度。

9 结果计算

试样中磷含量按式（1）计算：

$$x = \frac{p}{m} \times \frac{v_1 \times v_3}{v_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

x ——试样中的总磷含量，单位为毫克每克（mg/kg）；

p ——标准曲线查得的被测液的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

V_1 ——试样灰化后定容的体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——比色时所取的被测液的体积，单位为毫升（mL）；

V_3 ——比色时定容的体积，单位为毫升（mL）。

10 重复性

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的10%。