

UDC 628.19 : 543.06
Z 16



中华人民共和国国家标准

GB 11893—89

水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法

Water quality—Determination of total phosphorus—
Ammonium molybdate spectrophotometric method

1989-12-25 发布

1990-07-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法

GB 11893—89

Water quality—Determination of total phosphorus—
Ammonium molybdate spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用过硫酸钾(或硝酸-高氯酸)为氧化剂,将未经过滤的水样消解,用钼酸铵分光光度测定总磷的方法。

总磷包括溶解的、颗粒的、有机的和无机磷。

本标准适用于地面水、污水和工业废水。

取 25 mL 试料,本标准的最低检出浓度为 0.01 mg/L,测定上限为 0.6 mg/L。

在酸性条件下,砷、铬、硫干扰测定。

2 原理

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,在钨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。

3 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,均应使用符合国家标准或专业标准的分析试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 硫酸(H_2SO_4),密度为 1.84 g/mL。

3.2 硝酸(HNO_3),密度为 1.4 g/mL。

3.3 高氯酸($HClO_4$),优级纯,密度为 1.68 g/mL。

3.4 硫酸(H_2SO_4),1+1。

3.5 硫酸,约 $c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=1$ mol/L:将 27 mL 硫酸(3.1)加入到 973 mL 水中。

3.6 氢氧化钠(NaOH),1 mol/L 溶液:将 40 g 氢氧化钠溶于水并稀释至 1 000 mL。

3.7 氢氧化钠(NaOH),6 mol/L 溶液:将 240 g 氢氧化钠溶于水并稀释至 1 000 mL。

3.8 过硫酸钾,50 g/L 溶液:将 5 g 过硫酸钾($K_2S_2O_8$)溶解于水,并稀释至 100 mL。

3.9 抗坏血酸,100 g/L 溶液:溶解 10 g 抗坏血酸($C_6H_8O_6$)于水中,并稀释至 100 mL。

此溶液贮于棕色的试剂瓶中,在冷处可稳定几周。如不变色可长时间使用。

3.10 钼酸盐溶液:溶解 13 g 钼酸铵 $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ 于 100 mL 水中。溶解 0.35 g 酒石酸锑钾 $[KSbC_4H_4O_7 \cdot \frac{1}{2}H_2O]$ 于 100 mL 水中。在不断搅拌下把钼酸铵溶液徐徐加到 300 mL 硫酸(3.4)中,加酒石酸锑钾溶液并且混合均匀。