

ICS
D
备案号

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 743.3—200X

代替 MT/T 743.3-1997

煤矿水中水解性磷酸盐磷的 测定方法

Determination of phosphorus in hydrolysable phosphate in mine water

(报批稿)

200X—XX—XX 发布

200X—XX—XX 实施

国家安全生产监督管理总局 发布

前 言

本标准根据 GB/T1.1-2000《标准化工作导则》和 GB/T20001.4-2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》的规定，对 MT/T 743.3—1997《煤矿水中水解性磷酸盐磷的测定方法》进行修订。

本标准从生效之日起代替 MT/T 743.3—1997《煤矿水中水解性磷酸盐磷的测定方法》

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：重庆地质矿产研究院。

本标准主要起草人：浮爱青、李玉芳、许 玲、李金平。

本标准于 1997 年首次发布。

煤矿水中水解性磷酸盐磷的测定方法

Determination of phosphorus in hydrolysable phosphate in mine water

1 范围

本标准规定了用磷钼蓝分光光度法测定煤矿水中水解性磷酸盐磷含量的测定方法。

本标准适用于煤矿水中水解性磷酸盐磷含量的测定。本标准测定水解性磷酸盐磷的含量范围为 0.01 mg/L~0.80 mg/L。

2 原理

将多磷酸盐和一些有机磷化合物，用硫酸水解后转化为可与钼酸盐反应的正磷酸盐，用抗坏血酸还原生成磷钼蓝络合物，在波长 700nm 处测定其吸光度，求得水解性磷酸盐磷的含量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 硫酸溶液 [$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=9\text{mol/L}$]：将 500mL 硫酸(GB 625)在不断搅拌下，缓慢加入到 500mL 水中，混匀。

3.2 硫酸溶液 [$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=4.5\text{mol/L}$]：将 200mL 硫酸溶液(3.1)在不断搅拌下，缓慢加入到 200mL 水中，混匀。

3.3 硫酸溶液 [$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=2\text{mol/L}$]：将 110mL 硫酸溶液(3.1)在不断搅拌下，缓慢加入到 300mL 水中，用水稀释至 500mL，混匀。

3.4 氢氧化钠溶液 [$c(\text{NaOH})=2\text{mol/L}$]：称取 80g 氢氧化钠(GB/T 629)溶于水，冷却并用水稀释至 1000mL，摇匀，贮存于聚乙烯瓶中。

3.5 抗坏血酸溶液(100 g/L)：称取 10g 抗坏血酸，用水溶解，稀释至 100mL。现用现配。

3.6 酸性钼酸铵酒石酸锑钾混合溶液：溶解 13 g 钼酸铵 [$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] (GB 657) 于 100mL 水中。溶解 0.35g 酒石酸锑钾 [$\text{KSbC}_4\text{H}_4\text{O}_7 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$] (Q/HG 10) 于 100 mL 水中。不断搅拌下将钼酸盐溶液加入到 300mL 硫酸溶液(3.1)中，再加上上述酒石酸盐溶液，混匀。该试剂若贮存

在棕色玻璃瓶中，至少可稳定 60 d。

3.7 硫代硫酸钠溶液(12g/L)：溶解 1.2g 硫代硫酸钠[Na₂S₂O₃·5H₂O] (GB/T 637) 于 100mL 水中，加入 50mg 无水碳酸钠 (GB/T 639)，混匀。贮于棕色玻璃瓶中。

3.8 磷酸盐标准贮备溶液：磷的浓度相当于 50 mg/L。准确称取于 105℃~110℃干燥至恒重的磷酸二氢钾(GB 6853，优级纯)0.2197g 溶于约 800mL 水中，转移至 1000mL 容量瓶中，加 10mL 硫酸溶液(3.2)，并用水稀释至刻度，摇匀。

3.9 磷酸盐标准溶液：磷的浓度相当于 2 mg/L。用移液管准确吸取 10.0mL 磷酸盐标准贮备溶液(3.8)至 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现用现配。

3.10 酚酞溶液：将 0.1 g 酚酞(HGB 3039)溶于 100mL 60%乙醇中。

4 仪器

4.1 分光光度计：波长准确度为±3 nm。

4.2 分析天平：感量 0.1mg。

5 分析步骤

5.1 做两份水样的重复测定。

5.1.1 用移液管准确吸取 50mL 水样于 100mL 锥形瓶中。

5.1.2 用硫酸溶液(3.2)酸化至 pH 小于 1(可用 pH 试纸鉴定)。置于电热板上煮沸 30 min，加水保持体积在 25mL 以上，取下冷却。加入 2 滴酚酞溶液指示剂(3.10)，用氢氧化钠溶液(3.4)调至微红色，再用硫酸溶液(3.3)调至红色刚消失，将溶液转移至 50mL 容量瓶中，并用水稀释至约 40mL。

5.1.3 在摇动下，向容量瓶中加入 1mL 抗坏血酸溶液(3.5)和 2mL 酸性钼酸铵酒石酸锑钾混合溶液(3.6)，用水稀释至刻度，混匀，放置约 15min。

5.1.4 用 1 cm 比色皿，在分光光度计上于波长 700 nm 处，以标准系列 0 为参比，测定其吸光度。

5.1.5 如有砷干扰，按下述步骤测定：用移液管准确吸取 50mL 水样于 100mL 锥形瓶中，用硫酸溶液(3.2)酸化至 pH 小于 1，置于电热板上煮沸 30 min，加水保持体积在 25mL 以上，取下冷却，加 1mL 硫代硫酸钠溶液(3.7)，加 2 滴酚酞溶液(3.10)指示剂，用氢氧化钠溶液(3.4)调至微红色，再用硫酸溶液(3.3)调至红色刚消失。补加 0.5mL 硫酸溶液(3.3)，将此溶液转入 50mL 容量瓶中，并用水稀释至约 40mL，再按 5.1.3 步骤进行操作。用 1cm 比色皿，

在分光光度计上于波长 700 nm 处以标准系列 0 为参比，10min 内测定吸光度。

5.2 标准曲线的绘制

5.2.1 用移液管分别准确吸取 0mL、1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL、5.0mL、6.0mL、7.0mL、8.0mL、9.0mL、10.0mL 磷酸盐标准溶液 (3.9) 于 100mL 锥形瓶中，用水稀释至约 40mL，然后按 5.1.2~5.1.4 操作。其对应的磷的质量分别为 0 μ g、2 μ g、4 μ g、6 μ g、8 μ g、10 μ g、12 μ g、14 μ g、16 μ g、18 μ g、20 μ g。

5.2.2 以磷的质量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

6 结果计算

水解性磷酸盐磷的含量用式(1)计算：

$$P_{hy} = \frac{m}{V} - P_{PO_4^{3-}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

P_{hy} ——水解性磷酸盐磷含量的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

m ——由标准曲线上查得水解性磷酸盐磷质量的数值，单位为微克 (μ g)；

V ——所取水样体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$P_{PO_4^{3-}}$ ——正磷酸盐磷含量的数值，单位为毫克每升 (mg/L)。

结果计算到小数点后 3 位，修约至 2 位。

7 精密度

煤矿水中水解性磷酸盐磷测定的重复性限应符合表 1 规定。

表 1 煤矿水中水解性磷酸盐磷测定的重复性限

P_{hy} / (mg/L)	绝对 / (mg/L)	相对 / %
≤ 0.1	≤ 0.01	
> 0.1		≤ 10