



中华人民共和国国家标准

GB/T 9727—2007
代替 GB/T 9727—1988

化学试剂 磷酸盐测定通用方法

Chemical reagent—
General method for the determination of phosphate

(ISO 6353-1:1982, Reagents for chemical analysis—
Part 1: General test methods, NEQ)

2007-09-26 发布

2008-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准与 ISO 6353-1:1982《化学分析试剂 第1部分:通用试验方法》的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 9727—1988《化学试剂 磷酸盐测定通用方法》。

本标准与 1988 年版标准在技术内容上没有差异,按 GB/T 1.1—2000 的要求,仅是做了一些编辑性修改。

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化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:国药集团化学试剂有限公司。

本标准主要起草人:陈浩云、陈红。

本标准于 1988 年首次发布。

化学试剂

磷酸盐测定通用方法

1 范围

本标准规定了用萃取-磷钼蓝比色法测定磷酸盐的通用方法。

本标准适用于化学试剂中微量正磷酸盐的测定。分光光度法或目视比色法的检测范围在乙酸丁酯中为 $0.2 \mu\text{g/mL} \sim 2 \mu\text{g/mL}$ (以 PO_4 计)。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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)

GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 方法原理

在浓度 $c(\text{HNO}_3)$ 为 $0.4 \text{ mol/L} \sim 1.4 \text{ mol/L}$ 硝酸溶液中,正磷酸能定量与钼酸铵作用,生成磷钼杂多酸(磷钼黄),磷钼黄可被乙酸丁酯从 $1.0 \text{ mol/L} \sim 1.4 \text{ mol/L}$ 硝酸溶液中定量萃取,从而与干扰化合物砷酸盐及过量试剂钼酸铵分离。加入氯化亚锡-抗坏血酸溶液,将磷钼黄还原为磷钼蓝。根据磷钼蓝颜色的深浅,可用目视比色法或分光光度法测定磷酸盐。

4 试剂和材料

本标准除另有规定外,所用标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5 仪器

5.1 一般实验室仪器。

5.2 分光光度计应符合 GB/T 9721 的规定。

6 测定

6.1 目视比色法

按产品标准的规定取样并制备试液(必要时用 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液为指示剂,调节溶液的 pH 值)。取 10 mL 试液,加 10 mL 硝酸溶液(13%),此时溶液的酸度 $c(\text{H}^+)$ 为 $1.0 \text{ mol/L} \sim 1.2 \text{ mol/L}$ 。加 2 mL 钼酸铵溶液(100 g/L),放置 20 min。准确加入 10 mL 乙酸丁酯,萃取,静置分层。弃去水相,有机相用盐酸溶液(5%)洗涤两次,每次 5 mL,分出水相。在有机相中加入 0.2 mL 氯化亚锡-抗坏血酸溶液,轻轻摇动,静置分层。弃去水相,加入 1 mL 无水乙醇,摇匀。有机相所呈蓝色与标准比色溶液