

# 用分光光度法快速测定软水剂磷酸三钠含量 在实际生产中的应用

王素荣

(山西兰花煤化工有限责任公司)

**摘 要:**本文针对进厂原辅材料磷酸三钠分析中分析结果易受其中一试剂影响而结果出现偏差现象改用分光光度测磷酸根的方法倒算主成分12水磷酸三钠的方法,非常便捷有效数据可靠,宜于推广。

工业用磷酸三钠作为化工原辅材料,在化工生产中,主要用作热电锅炉水、热电三废锅炉水、气化夹套炉水、合成废锅炉水的软水剂和炉清洗剂,其加入量对于化工生产各炉安全稳定运行起着重要的作用。其软水除垢原理是磷酸三钠能与水中容易结成锅垢的可溶性钙盐、镁盐等起作用,生成不溶性的磷酸钙  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 、磷酸镁  $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$  等沉淀物悬浮於水中,然后通过定期排污和连续排污两种方式使沉淀物排出去,达到锅炉不结锅垢,换热效果好,产汽量大,安全运行周期长的目的。但是作为进厂化工原辅材料,其成分分析因为方法的原因,多次出现用常用国标沉淀分析法分析其主成分磷酸三钠时费时,费力,且分析结果特别容易受其中沉淀剂奎钼柠酮试剂有效性的影响致测量结果偏低的现象。我部门根据多年数次实践,采用用分光光度测量磷酸根的方法,能快速准确有效分析进厂磷酸三钠有效

成分含量的分析,在实际中得到了很好的应用,值得在日常行业分析中推广和日常含量快速测定。现将此法介绍如下:

## 1 分光光度法快速测定软水剂磷酸三钠含量实用方法

### 1.1 测定原理

在酸性溶液中钼酸铵、偏钒酸铵与磷酸根形成黄色的磷钒钼酸,呈黄色,故称磷钒钼铵黄。用分光光度计在420nm处测其吸光度,求出磷酸根含量,以磷酸根在  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  中的占比,反算出磷酸三钠的含量。

### 1.2 主要试剂和仪器

(1)磷酸盐标准溶液:称取0.7165g于105℃干燥过的优级纯磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )溶于蒸馏水中,转入1000mL的容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,此溶液

为 1mL 含 0.5mgPO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, 吸取上述储备液 100mL 于 500mL 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 此溶液 1mL 含 0.1mgPO<sub>4</sub><sup>3-</sup>。

(2) 钼酸铵-偏钒酸铵-硫酸混合液: 50g 钼酸铵和 2.5g 偏钒酸铵溶于 300mL 水中, 称之为 A 液, 在不断搅拌下, 将 195mL 浓硫酸缓缓加入 400mL 水中, 称之为 B 液。待 B 液稍冷后, 再倒入 A 液中, 并用水稀释至 1L。

(3) 分光光度计: 波长 420nm, 1cm 比色皿

### 1.3 标准曲线的绘制

在 6 只 50 容量瓶中分别加入 0.00、1.00、3.00、5.00、7.00、9.00 浓度为 0.1mg/mL 的 PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> 标准溶液, 加水稀释至 50mL 刻度。加 5mL 钼酸铵-偏钒酸铵-硫酸混合液, 放置 2 分钟后, 在波长 420nm 处用 1cm 比色皿进行分光光度测定, 以磷酸根含量为横坐标, 相对应的吸光值为纵坐标绘制标准曲线。

### 1.4 操作步骤

称取约 1g 试样, 精确至 0.0002g。置于 100 毫升烧杯中, 加少量水溶解, 移入 500 毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。干过滤(弃去最初 2 毫升滤液)。

吸取过滤后的样液 2ml 于 50ml 比色管中加水稀释至 50mL 刻度。另外直接加 50ml 蒸馏水于 50ml 比色管中做空白, 分别加 5mL 钼酸铵-偏钒酸铵-硫酸混合液, 放置 2 分钟后, 在波长 420nm 处用 1cm 比色皿进行分光光度测定扣除空白测得吸光值 A。

### 1.5 计算

磷酸三钠以十二水合磷酸三钠(Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>·12H<sub>2</sub>O) 的质量分数计, 数值以%表示, 按下式计算:

$$\omega = \frac{KA \times 380}{1000 \times 95} \times 100$$

$$\frac{m \times 2}{500}$$

式中: A——样品的吸光度

K——标准曲线的系数

m 样——称取样品的质量(g)

380——Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>·12H<sub>2</sub>O 的摩尔质量(g/mol)

95——PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> 的摩尔质量(g/mol)

经数次验证, 此法快速有效, 省事省力, 数据可靠性强。

## 2 原来一直采用方法 HG/T2517-2009 工业磷酸三钠的测定如下

### 2.1 测定原理

在酸性介质中, 以喹钼柠酮沉淀剂将试验溶液中的磷酸根全部形成磷钼酸喹啉沉淀, 沉淀通过过滤、烘干、称量、计算出试样中磷酸三钠的含量。

### 2.2 主要试剂

(1) 硝酸溶液: 1+1;

(2) 钼酸钠: 分析纯;

(3) 柠檬酸: 分析纯;

(4) 喹啉: 分析纯;

(5) 丙酮: 分析纯;

(6) 喹钼柠酮溶液的配制: 称取 70 克钼酸钠溶于 100 毫升水中(溶液 I), 另称取 60 克柠檬酸溶于 85 毫升 1+1 硝酸和 150 毫升水的混合液中(溶液 II), 在不断搅拌下, 将溶液 I 缓缓地加到溶液 II 中(溶液 III), 量取 5 毫升喹啉注入 35 毫升 1+1 硝酸和 100 毫升水的混合液中(溶液 IV), 将溶液 IV 缓缓地加到溶液 III 中, 混合后放置 12 小时, 过滤。量取 280 毫升丙酮注入滤液中, 用水稀释到 1000 毫升, 混匀, 贮于聚乙烯瓶中。(因其中所需试剂之一丙酮属第三类易燃液体, 需公安局备案不好审批, 后采购部门采用成品奎钼柠酮试剂)。

### 2.3 仪器设备

(1) 坩埚式过滤器: 孔径为 5μm-15μm。

(2)电热恒温干燥箱:温度能控制在 $180\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

## 2.4 磷酸三钠含量的测定步骤

### 2.4.1 试验溶液的制备

称取约5g试样,精确至0.0002g。置于100毫升烧杯中,加少量水溶解,移入250毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤(弃去最初2毫升滤液)。

### 2.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试样同时进行同样处理。

### 2.4.3 测定

用移液管移取10mL试验溶液和空白试验溶液分别置于400mL烧杯中,各加10mL硝酸溶液,加水至总体积约100mL,加入50mL喹钼柠酮溶液,盖上表面皿,在水浴锅加热至烧杯内的物质达到 $75^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ ,保温30s(在加入试剂和加热过程中,不得使用明火,不得搅拌,以免凝结成块)。

冷却,在冷却过程中搅拌(3-4)次,用预先在 $180^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 下烘干至质量恒定的玻璃坩埚抽滤。先将上层清液过滤,以倾泻法用洗瓶冲洗沉淀6次,每次用约30mL水。最后将沉淀移入玻璃砂坩埚中过滤,再用水洗涤沉淀4次,将玻璃砂芯坩埚连同沉淀置于电热恒温干燥箱内,从温度稳定时计时,在 $180^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 下干燥45分钟。取出稍冷后,置于干燥器中冷却至室温,称量。同时做空白试验。

### 2.4.4 结果计算

磷酸三钠以十二水合磷酸三钠( $\text{Na}_3\text{PO}_4\cdot 12\text{H}_2\text{O}$ )的质量分数计,数值以%表示,按下式3.3计算:

$$\omega = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1717}{m \times \frac{10}{250}} \times 100$$

式中:m—样品的重量,克;

表 1

称样质量(g)	所用方法	m1(g)	m2(g)	W(%)( $\text{Na}_3\text{PO}_4\cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 计)	平行测定结果绝对差值%	备注	
5.0019	喹钼柠酮沉淀剂测定法	32.7235	31.6095	95.60	0.28	用同一批号不同试剂瓶试剂	试剂不稳定,结果容易受试剂的影响
5.0005		33.2464	32.1360	95.32			
5.0019		31.7983	30.6854	95.51	0.36		
5.0015		31.5552	30.4384	95.87			
1.0007	以钼酸铵、偏钒酸铵测磷酸根反算法	K:3.19	A:0.308	98.18	0.16		试剂稳定,结果不容易受试剂的影响
1.0056		K:3.19	A:0.310	98.34			
厂家出厂报告				98.37	0.11	同一产品不同实验室不同方法测定的再现性差值	厂家检测

m1—试验溶液中生成烘干的磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,克;

m2—空白试验溶液中生成烘干的磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,克;

w—磷酸三钠以十二水合磷酸三钠( $\text{Na}_3\text{PO}_4\cdot 12\text{H}_2\text{O}$ )的质量分数%

(下转第43页)

## 我国大型煤制天然气甲烷化技术获重大突破

近日从中国海油获悉,由中国海油下属的中海石油气电集团有限责任公司(以下简称气电集团)与西南化工研究设计院有限公司(以下简称西南院)联合研制的甲烷化催化剂在新疆庆华大型煤制天然气项目中首次实现110%满负荷平稳运行,获得的甲烷浓度为61.7%,高于国外引进技术近3个百分点,标志着我国自主研制的大型煤制天然气甲烷化技术取得重大突破。

据介绍,煤制天然气是劣质煤经过气化—净化—甲烷化得到的清洁的合成天然气产品,作为新型煤化工的重要组成,该技术是我国煤炭清洁化利用、保障民生用气的重要方向之一,关系国家能源安全和民生发展。甲烷化技术是把煤炭变为清洁天然气的关键核心技术之一,对提高煤炭利用效率起到至关重要的作用。我国一直致力于煤制天然气全技术

链的国产化,目前煤气化、变换、脱酸等技术都已实现国产化,但甲烷化技术开发难度大,多年来一直未取得突破。

气电集团于2010年开始进行煤制天然气工艺技术和催化剂的研究,2013年联合西南院开展联合研发。自主研制出的甲烷化催化剂具有抗高温、高活性、高稳定性和抗积炭等优点,满足大型煤制天然气工业生产要求。

此次自主研制的甲烷化催化剂在新疆庆华煤制天然气装置一次性开车成功,甲烷化装置实现长周期平稳运行,产品质量合格,天然气顺利并入管网,实现了煤制天然气领域全产业链条技术国产化,填补了国内行业空白,对持续稳定供应天然气、保障国家能源安全具有重要意义。

(上接第34页) m1—试验溶液中生成烘干的磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,克;

m2—空白试验溶液中生成烘干的磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,克

0.1717—磷钼酸喹啉换算成十二水合磷酸三钠的系数。

### 2.4.5 允许差

平行平行测定结果的绝对之差不大于0.30%。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

用以上两种方法测定同一个样品结果见表1:

由以上数据可见,我们在日常用HG/T2517-2009工业磷酸三钠的测定过程中,测定结果经常受

沉淀剂奎钼柠酮试剂的影响,试剂换了一批又一批,一瓶又一瓶,数据总偏低2.00%~3.00%,而改用分光光度法测磷酸根再反求磷酸三钠实际含量时,分析结果与厂家提供出厂检验报告单数值符合不同实验室不同方法不同分析人员允许的再现性差别,数据可靠又省时省力。

### 3 结束语

我们用实践摸索出的这种分析方法,也是在基于科学合理的基础上进行。对于日常中间时段任何时候放置存货磷酸三钠有效成分的分析检测既便利又快速,值得推广。