

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3537—1999

水处理剂 羟基亚乙基二膦酸

Water treatment chemicals

1-Hydroxyethylidene 1,1-diphosphonic acid

1999-04-20 发布

2000-04-01 实施

国家石油和化学工业局 发布

前 言

本标准是由化工行业标准 HG/T 3537—1989《水处理剂 羟基乙叉二膦酸》修订而成。

本标准与 HG/T 3537—1989 的主要技术差异：

- 活性组分和密度指标由控制范围改为控制下限；
- 活性组分、磷酸、亚磷酸指标做了部分调整；
- 磷酸含量测定改为磷钼酸铵—抗坏血酸分光光度法；氯化物含量测定改为目视比浊法；
- 密度测定中取消了比重瓶法，保留了密度计法；
- 增加了钙螯合值指标和相应的试验方法。

本标准自实施之日起，同时代替 HG/T 3537—1989。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位：化工部天津化工研究院、武进精细化工厂、南京化工大学武进水质稳定剂厂。

本标准主要起草人：黄家栩、常春华、汤建元。

本标准于 1989 年首次发布为专业标准，1998 年转化为推荐性化工行业标准并重新进行编号。

中华人民共和国化工行业标准

水处理剂 羟基亚乙基二磷酸

HG/T 3537—1999

Water treatment chemicals

代替 HG/T 3537—1989

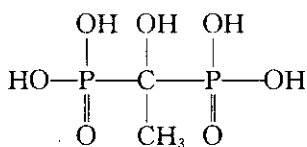
1-Hydroxyethylidene 1,1-diphosphonic acid

1 范围

本标准规定了水处理剂 羟基亚乙基二磷酸(原称:羟基乙叉二磷酸)的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

该产品主要用作工业水处理中的阻垢缓蚀剂。

结构式:



相对分子质量:206.03(按 1995 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—90 包装储运图示标志

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353/1:1982)

GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(neq ISO 6353/1:1982)

GB/T 1250—89 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1986)

3 要求

3.1 外观:优等品为无色透明液体;一等品、合格品为无色或微黄色透明液体。

3.2 水处理剂 羟基亚乙基二磷酸应符合表 1 要求。

表 1

指标项目	指标		
	优等品	一等品	合格品
活性组分,% \geq	58.0	50.0	50.0
磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量,% \leq	0.5	0.8	1.0
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量,% \leq	1.0	2.0	3.0

表1(完)

指 标 项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氯化物(以 Cl ⁻ 计)含量, %	≤ 0.3	0.5	1.0
pH(1%水溶液)	≤ 2	2	2
密度(20℃), g/cm ³	≥ 1.40	1.34	1.34
钙螯合值, mg/g	≥ 500	450	450

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

4.1 活性组分的测定

4.1.1 方法提要

羟基亚乙基二磷酸中含有有机磷酸、正磷酸和亚磷酸。加入硫酸和分解剂加热分解,均转变成正磷酸。加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、干燥、称量,计算总磷含量。减去正磷酸、亚磷酸相当的磷含量后计算出活性组分。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 硫酸溶液:1+4。

4.1.2.2 硝酸。

4.1.2.3 硝酸溶液:1+1。

4.1.2.4 过硫酸钾。

4.1.2.5 喹钼柠酮溶液。

制备:

溶液 I:称取 70 g 钼酸钠,溶于 150 mL 水中;

溶液 II:称取 60 g 柠檬酸,溶于 85 mL 硝酸(4.1.2.2)和 150 mL 水的混合液中;

溶液 III:量取 5 mL 喹啉,溶于 35 mL 硝酸(4.1.2.2)和 100 mL 水的混合液中。

在不断搅拌下,先将溶液 I 缓慢加入到溶液 II 中。再将溶液 III 缓慢加入到溶液 II 中。混匀,放置 24 h,过滤。在滤液中加入 280 mL 丙酮,用水稀释至 1 000 mL,混匀。贮于棕色瓶或聚乙烯瓶中。

4.1.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

坩埚式过滤器:滤板孔径 5~15 μm。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试液的制备

称取 4 g 试样(精确至 0.000 2 g),加水溶解。全部转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为试液 A,供测定活性组分、正磷酸、亚磷酸、氯化物含量用。

4.1.4.2 测定

移取 10.00 mL 试液 A,置于 400 mL 高型烧杯中。加入 10 mL 硫酸溶液,0.5~0.7 g 过硫酸钾,盖上表面皿,置于可控电炉上缓慢加热至浓厚白烟几乎赶尽。溶液呈粘稠状,仔细观察刚有细微结晶出现时,即取下冷却(分解的全过程约为 30 min)。加入 100 mL 水,加热,待结晶溶解后,稍冷,加入 15 mL 硝酸溶液(4.1.2.3)、50 mL 喹钼柠酮溶液。盖上表面皿,煮沸 1 min,冷却至室温。冷却过程中摇动 3~4 次。

用预先于(180±5)℃下恒重的坩埚式过滤器以倾析法过滤。在烧杯中洗涤沉淀三次,每次用水 15 mL,将沉淀全部转移至坩埚式过滤器中,继续用水洗涤,所用洗水共约 150 mL,于(180±5)℃下干燥 45 min,在干燥器冷却,称量,直至恒重。

4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的总磷含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times 0.0140}{m_0 \times 10/500} \times 100 = \frac{70 m_1}{m_0} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_0 ——试料质量,g;

m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀的质量,g;

0.0140——由磷钼酸喹啉换算成磷的系数。

以质量百分数表示的活性组分 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = (X_1 - X_3 \times 0.326 - X_4 \times 0.392) \times 3.32 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_1 ——总磷含量;

X_3 ——4.2 测得的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量;

0.326——磷酸根换算成磷的系数;

X_4 ——4.3 测得的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量;

0.392——亚磷酸根换算成磷的系数;

3.32——磷换算成活性组分($\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2$)的系数。

4.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

4.2 磷酸含量的测定

4.2.1 方法提要

在酸性条件下,正磷酸和钼酸铵反应生成黄色的磷钼杂多酸,用抗坏血酸还原成磷钼蓝,使用分光光度计,于最大吸收波长(710 nm)处测定吸光度。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 抗坏血酸溶液:20 g/L。

称取 10 g 抗坏血酸溶于约 50 mL 水中,加入 0.20 g 乙二胺四乙酸二钠及 8 mL 甲酸,用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,保存期 15 天。

4.2.2.2 钼酸铵溶液:26 g/L。

称取 13 g 钼酸铵溶于 200 mL 水中,加入 0.5 g 酒石酸锶钾和 120 mL 浓硫酸。冷却后用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中。保存期 15 天。

4.2.2.3 磷酸盐标准溶液:1 mL 含有 0.02 mg PO_4 。

按 GB/T 602 配制后,用移液管移取 20.00 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

4.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

分光光度计:带有厚度为 1 cm 的吸收池。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 工作曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中,分别加入 0(试剂空白溶液)、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 mL 磷酸盐标准溶液。分别加水至约 25 mL,各加 2.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。

使用分光光度计,用 1 cm 吸收池,在 710 nm 波长处,以水为参比测定吸光度。

从每个标准参比溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以磷酸根含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.2.4.2 测定

用移液管移取 1.00 mL 试液 A,置于 50 mL 容量瓶中,加水至约 25 mL。在另一个 50 mL 容量瓶中加入 25 mL 水作为空白试液。各加入 2.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。

使用分光光度计,用 1 cm 吸收池,在 710 nm 波长处,以水为参比测定吸光度。

4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{1}{500}} \times 100 = \frac{50(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——根据测得的试液吸光度从工作曲线上查出的磷酸根的量,mg;

m_0 ——根据测得的空白试液吸光度从工作曲线上查出的磷酸根的量,mg;

m ——试料质量,g。

4.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

4.3 亚磷酸含量的测定

4.3.1 方法提要

在 pH 为 7.0~7.5 的条件下,碘将亚磷酸根氧化成磷酸根。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 五硼酸铵饱和溶液($\text{NH}_4\text{B}_5\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)。

4.3.2.2 硫酸溶液:1+3。

4.3.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L。

4.3.2.4 碘溶液: $c(\frac{1}{2}\text{I}_2)$ 约 0.1 mol/L。

4.3.2.5 可溶性淀粉溶液:10 g/L。

4.3.3 分析步骤

移取 25.00 mL 试液 A,置于 250 mL 碘量瓶中,加入 12 mL 饱和五硼酸铵溶液。用移液管加入 25.00 mL 碘溶液,立即盖好瓶塞,于暗处放置 10~15 min。加入 15 mL 硫酸溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,溶液呈浅黄色时,加入 1~2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。

以 25 mL 水代替试液,加入相同体积的所有试剂,按相同的步骤进行空白试验。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(V_0 - V)c \times 0.0395}{m \times 25/500} \times 100 = \frac{(V_0 - V)c \times 79.1}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中: V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

V ——滴定中消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

m ——试料质量,g;

0.0395——与 1.00 mL 硫代硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的亚磷酸根的质量。

4.3.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1%。

4.4 氯化物含量的测定

4.4.1 方法提要

在硝酸介质中,氯离子与硝酸银作用生成氯化银沉淀,使溶液混浊。与标准比浊溶液进行目视比浊。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 硝酸溶液:1+3;

4.4.2.2 硝酸银溶液:17 g/L;

4.4.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 含 0.1 mg Cl。

4.4.3 分析步骤

移取 1.00 mL 试液 A,置于 50 mL 比色管中,加入 1 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至 50 mL,摇匀,放置 2 min。所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备:用移液管移取氯化物标准溶液(优等品取 0.24 mL、一等品取 0.40 mL、合格品取 0.80 mL),置于 50 mL 比色管中,与试液同时同样处理。

4.5 pH 值的测定

4.5.1 仪器、设备

酸度计:精度 0.02 pH 单位,配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

4.5.2 分析步骤

称取(1.00±0.01)g 试样,全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

将试液倒入烧杯中,置于电磁搅拌器上,将电极浸入溶液中,开动搅拌。在已定位的酸度计上读出 pH 值。

4.6 密度的测定

4.6.1 仪器、设备

4.6.1.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm³;

4.6.1.2 恒温水浴:可控制在(20±0.1)℃;

4.6.1.3 玻璃量筒:250 mL;

4.6.1.4 温度计:0~50℃,分度值为 0.1℃。

4.6.2 分析步骤

将试样注入清洁、干燥的量筒内,不得有气泡,将量筒置于 20℃ 的恒温水浴中。待温度恒定后,将清洁、干燥的密度计缓缓地放入试样中,其下端应离筒底 2 cm 以上,不得与筒壁接触。密度计的上端露在液面外的部分所沾液体不得超过 2~3 分度。待密度计在试样中稳定后,读出密度计弯月面下缘的刻度(标有读弯月面上缘刻度的密度计除外),即为 20℃ 试样的密度。

4.7 钙螯合值的测定

4.7.1 方法提要

钙螯合值(mg/g)系指每克试样螯合的碳酸钙的毫克数。在试液中加入碳酸钠。滴加氢氧化钠溶液维持溶液的 pH 值为 11。用钙标准溶液滴定至出现的混浊不消失。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 碳酸钠溶液:20 g/L。

4.7.2.2 氢氧化钠溶液:40 g/L。

4.7.2.3 氢氧化钾溶液:200 g/L。

4.7.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液:c(EDTA)约 0.05 mol/L。

4.7.2.5 钙-羧酸指示剂:将 1.0 g 钙-羧酸与 100 g 氯化钠研磨、混匀。

4.7.2.6 钙标准滴定溶液:1 mL 约含 10.0 mg Ca。

a 配制:称取 24.7 g 无水乙酸钙,用水溶解,稀释到 1 000 mL。

b 标定:移取 5.00 mL 钙标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 30 mL 水、5 mL 氢氧化钾溶液、约 0.1 g 钙-羧酸指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,溶液由紫红色变为亮蓝色即为终点。

c 计算:

以 mg/mL 表示的 Ca 的浓度 c_1 按式(5)计算:

$$c_1 = \frac{Vc \times 0.040 \times 10^3}{5} \dots\dots\dots (5)$$

式中:V——滴定中消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,mL;

c——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

0.040——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的钙的质量。

4.7.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

4.7.3.1 酸度计:配有饱和甘汞参比电极和玻璃测量电极或复合电极;

4.7.3.2 电磁搅拌器:配有搅拌子。

4.7.4 分析步骤

称取约 1.5 g 试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水。将烧杯置于电磁搅拌器上,放入搅拌子,开动搅拌。试样混合均匀后加入 10 mL 碳酸钠溶液。将电极插入到溶液中,滴加氢氧化钠溶液至 pH 为 11。提起电极,加水至 150 mL,再插入电极。

用钙标准滴定溶液滴定,边滴定边加入氢氧化钠溶液,维持溶液的 pH 为 11。溶液出现的混浊不消失即为终点。

4.7.5 分析结果的表述

以 mg/g 表示的钙螯合值 X_5 按式(6)计算:

$$X_5 = \frac{2.50 \times c_1 V}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中: c_1 ——钙标准滴定溶液的实际浓度,mg/mL;

V——滴定中消耗的钙标准滴定溶液的体积,mL;

m——试料质量,g;

2.50——钙换算成碳酸钙的系数。

4.7.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 10 mg/g。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部项目为出厂检验项目,应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定逐批检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

5.3 每批产品应不超过 5t。

5.4 按 GB/T 6678—86 中 6.6 的规定确定采样单元数。

采样时先充分搅匀,用玻璃管或聚乙烯塑料管插入桶深的三分之二处采样。总量不少于 1 000 mL。充分混匀,分装入两个清洁、干燥、带磨口塞的瓶中,密封。瓶上贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存三个月备查。

5.5 检验结果中如有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样核验。核验结果有一项不符合本标准的要求时,整批产品不能验收。

- 5.6 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。
- 5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

- 6.1 水处理剂羟基亚乙基二膦酸的包装桶上应涂刷牢固的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、等级、商标、批号或生产日期、净重、厂址及 GB 191 规定的“向上”标志。
 - 6.2 每批出厂的水处理剂羟基亚乙基二膦酸应附有质量合格证,内容包括:生产厂名、产品名称、等级、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。
 - 6.3 水处理剂羟基亚乙基二膦酸采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净重 25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净重 200 kg。
 - 6.4 运输时防止曝晒,贮存在通风干燥的库房里。
 - 6.5 水处理剂羟基亚乙基二膦酸的贮存期为一年。
-

中华人民共和国
化工行业标准
水处理剂 羟基亚乙基二膦酸
HG/T 3537—1999

*

化学工业出版社出版发行
(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)
<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销
化学工业出版社印刷厂印刷
化学工业出版社印刷厂装订
开本 880×1230 毫米 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数 14 千字
2000 年 2 月第 1 版 2000 年 2 月北京第 1 次印刷
书号:155025·0010
定 价:8.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者,本社发行部负责退换