



中华人民共和国国家标准

GB/T 26324—2010

羟基亚乙基二膦酸

1-Hydroxyethylidene-1,1-diphosphonate acid

2011-01-04 发布

2011-12-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准负责起草单位：河南清水源科技股份有限公司、江苏江海化工集团有限公司、广州市特种承压设备检测研究院、山东省泰和水处理有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：王志清、吴文导、叶伟文、朱传俊、李琳、王忠英、杨麟、李翠娥、白莹、王东海。

羟基亚乙基二磷酸

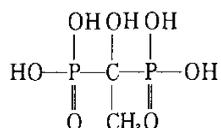
1 范围

本标准规定了阻垢缓蚀剂羟基亚乙基二磷酸(HEDP)的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于水处理剂 羟基亚乙基二磷酸(HEDP)。

分子式: $C_2H_8O_7P_2$

结构式:



相对分子质量: 206.03(按 2007 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2008,ISO 780:1997,MOD)

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

3.1 外观:无色或浅黄色透明液体。

3.2 羟基亚乙基二磷酸按相应的试验方法测定应符合表 1 要求。

表 1

项 目		指 标
活性组分(以 HEDP 计)的质量分数/%	≥	50.0
磷酸(以 PO_4^{3-} 计)的质量分数/%	≤	0.80
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)的质量分数/%	≤	2.0

表 1 (续)

项 目	指 标
氯化物(以 Cl ⁻ 计)含量/($\mu\text{g/g}$)	\leq 200
pH 值(10 g/L 水溶液)	1.5~2.0
密度(20 $^{\circ}\text{C}$)/(g/cm ³)	\geq 1.36
钙整合值(以 CaCO ₃ 计)/(mg/g)	\geq 450
铁(以 Fe 计)含量/($\mu\text{g/g}$)	\leq 20

4 试验方法

警告: 羟基亚乙基二膦酸对皮肤和眼睛有一定的腐蚀性和刺激性,操作人员进行作业时,应戴防护手套和眼镜,避免与皮肤直接接触。分析中使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗。

4.1 通则

本标准所用试剂,除非另有规定,应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、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。

4.2 活性组分的测定

4.2.1 方法提要

羟基亚乙基二膦酸中含有的有机膦酸、磷酸和亚磷酸,经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。

生产控制过程中可参见附录 A。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 硝酸。

4.2.2.2 过硫酸钾。

4.2.2.3 硫酸溶液:1+4。

4.2.2.4 硝酸溶液:1+1。

4.2.2.5 喹钼柠酮溶液。

制备方法:

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 硝酸和 150 mL 水的混合液中。

溶液 III:量取 5 mL 喹啉,溶于 35 mL 硝酸和 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。

4.2.3 仪器、设备

坩埚式过滤器：滤板孔径为 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 试液的制备

称取约 4 g 试样，精确至 0.2 mg，加水溶解，全部转移到 500 mL 容量瓶中，用水稀释到刻度，摇匀。此为试液 A，供测定活性组分、正磷酸、亚磷酸含量用。

4.2.4.2 测定

移取 10.00 mL 试液 A，置于 400 mL 高型烧杯中。加 10 mL 硫酸溶液，0.5 g~0.7 g 过硫酸钾，盖上表面皿，置于可控电炉(1 000 W)或微波消解电炉上缓慢加热至出现浓厚白烟。取下表面皿，直至白烟几乎赶尽，溶液呈黏稠状，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、50 mL 喹钼柠酮溶液，盖上表面皿，置于沸水浴中，放置 30 min。取出后冷却至室温。冷却过程中摇动 3 次~4 次。

用预先于 $(180\pm 5)^\circ\text{C}$ 下恒量的坩埚式过滤器以倾析法过滤。在烧杯中洗涤沉淀 3 次，每次用水约 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 $(180\pm 5)^\circ\text{C}$ 下烘干至恒量。

4.2.5 结果计算

4.2.5.1 总磷(以 P 计)含量以质量分数 w_1 计，数值以 % 表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{m_1 M_1 / M_2}{m \times 10 / 500} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克(g)；

M_1 ——磷的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 30.97$)；

M_2 ——磷钼酸喹啉的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 2\ 212.73$)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)。

4.2.5.2 活性组分(以 HEDP 计)以质量分数 w_2 计，数值以 % 表示，按式(2)计算：

$$w_2 = (w_1 - w_3 M_1 / M_2 - w_4 M_1 / M_3) M_4 / 2 M_1 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_1 ——总磷(以 P 计)的质量分数；

w_3 ——4.3 测得的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)的质量分数；

w_4 ——4.4 测得的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)的质量分数；

M_1 ——磷的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 30.97$)；

M_2 ——磷酸根的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 94.97$)；

M_3 ——亚磷酸根的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M_3 = 78.97$)；

M_4 ——羟基亚乙基二磷酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M_4 = 206.03$)。

4.2.6 允许差

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

4.3 磷酸含量的测定

4.3.1 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。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 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 d。

4.3.2.2 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 酒石酸锑钾和 120 mL 硫酸,冷却后用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,保存期两个月。

4.3.2.3 磷酸盐标准溶液:1 mL 含有 0.02 mg PO₄³⁻。

移取 20.00 mL 按 GB/T 602—2002 中表 1 配制的 0.1 mg/mL 磷酸盐(PO₄)标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

4.3.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 1 cm 的吸收池。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 校准曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL(试剂空白)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、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,室温放置 10 min。使用分光光度计,用 1 cm 吸收池,在 710 nm 波长处,以试剂空白为参比测定其吸光度。以磷酸根含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.3.4.2 测定

移取 1.00 mL 试液 A,置于 50 mL 容量瓶中,加水至约 25 mL。以下按 4.3.4.1 从“各加 2.0 mL 钼酸铵溶液……”至“……以试剂空白为参比测定其吸光度”操作。

4.3.5 结果计算

磷酸(以 PO₄³⁻计)含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 1/500} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试液吸光度从校准曲线上查出的磷酸根的量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

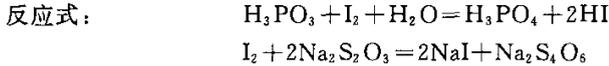
4.3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

4.4 亚磷酸含量的测定

4.4.1 方法提要

在 pH 值为 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。



4.4.2 试剂和材料

- 4.4.2.1 五硼酸铵($\text{NH}_4\text{B}_5\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)饱和溶液。
 4.4.2.2 硫酸溶液:1+3。
 4.4.2.3 碘标准溶液: $c(1/2 \text{I}_2)$ 约 0.1 mol/L。
 4.4.2.4 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。
 4.4.2.5 淀粉指示液:10 g/L。

4.4.3 分析步骤

移取 25.00 mL 试液 A,置于 250 mL 碘量瓶中,加入 12 mL 五硼酸铵饱和溶液,加入 25.00 mL 碘标准溶液,立即盖好瓶塞,于室温下暗处放置 10 min~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 mL~2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。同时做空白试验。

4.4.4 结果计算

亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量以质量分数 w_i 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_i = \frac{(V_0/1\,000 - V/1\,000)cM/2}{m \times 25/500} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 V ——滴定试液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
 M ——亚磷酸根的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=78.97$);
 m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.4.5 允许差

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

4.5 氯化物含量的测定

4.5.1 方法提要

以双液型饱和甘汞电极为参比电极,银电极为指示电极,用硝酸银标准滴定溶液滴定至出现电位突跃点。即可根据工作电池电动势的变化,确定滴定终点。

4.5.2 试剂和材料

硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约 0.01 mol/L。

4.5.3 仪器、设备

4.5.3.1 微量滴定管。

4.5.3.2 电位滴定仪。

4.5.3.3 双液型饱和甘汞电极。

4.5.3.4 银电极。

4.5.4 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 150 mL 烧杯中,加 80 mL 水。将盛有试样的烧杯置于电磁搅拌器上,放入搅拌子,搅匀。将电极插入烧杯,用硝酸银标准滴定溶液滴定至终点电位。同时做空白试验。

4.5.5 结果计算

氯化物(以 Cl^- 计)含量以 w_5 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(V/1\,000 - V_0/1\,000)cM \times 10^6}{m} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

V —— 滴定试液消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 —— 空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c —— 硝酸银标准滴定溶液的实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M —— 氯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$);

m —— 试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 $5 \mu\text{g/g}$ 。

4.6 pH 值的测定

4.6.1 仪器、设备

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

4.6.2 分析步骤

称取 $(1.00 \pm 0.01)\text{g}$ 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。

4.7 密度的测定

4.7.1 仪器、设备

4.7.1.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm^3 。4.7.1.2 恒温水浴:温度控制在 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

4.7.1.3 玻璃量筒:250 mL。

4.7.1.4 温度计: $0^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$,分度值 0.1°C 。

4.7.2 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。

4.8 钙螯合值的测定

4.8.1 方法提要

钙螯合值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。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 碳酸钠溶液:20 g/L。

4.8.2.2 氢氧化钠溶液:40 g/L。

4.8.2.3 氢氧化钾溶液:200 g/L。

4.8.2.4 钙标准溶液:1 mL 约含 10.0 mg Ca²⁺。

4.8.2.4.1 配制

称取 24.7 g 无水乙酸钙,用水溶解,稀释到 1 000 mL。

4.8.2.4.2 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。

4.8.2.4.3 计算

钙标准溶液以质量浓度 ρ 计,数值以 mg/mL 表示,按式(6)计算:

$$\rho = \frac{VcM}{5} \dots\dots\dots(6)$$

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的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——钙的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=40.08$)。

4.8.2.5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.05 mol/L。

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

4.8.3 仪器、设备

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

4.8.3.2 电磁搅拌器:配有搅拌子。

4.8.4 分析步骤

称取约 1.5 g 试样(精确到 0.01 g),置于 250 mL 烧杯中,加 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 值为 11。提起电极,加水至 150 mL,再插入电极。

用钙标准溶液滴定,边滴定边滴加氢氧化钠溶液,维持溶液的 pH 值为 11。溶液出现的混浊不消失即为终点。

4.8.5 结果计算

钙螯合值(以 CaCO_3 计)以 w_s 计,数值以 mg/g 表示,按式(7)计算:

$$w_s = \frac{\rho V(M_1/M_2)}{m} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

- ρ —— 钙标准溶液的实际浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V —— 滴定中消耗的钙标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- M_1 —— 碳酸钙的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=100.09$);
- M_2 —— 钙的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=40.08$);
- m —— 试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.8.6 允许差

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

4.9 铁含量的测定

4.9.1 方法提要

试样中的铁常以三价铁的形式存在。用盐酸羟胺将三价铁离子还原成二价铁离子,在 pH 值为 $4\sim 6$ 时,二价铁离子和邻菲罗啉形成一种红色的络合物,用分光光度计在最大吸收波长 510 nm 处,测定其吸光度。

4.9.2 试剂和材料

- 4.9.2.1 盐酸溶液:1+1。
- 4.9.2.2 氨水溶液:1+1。
- 4.9.2.3 盐酸羟胺溶液:200 g/L 。
- 4.9.2.4 邻菲罗啉溶液:15 g/L 。

称取 5.0 g 邻菲罗啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$),溶于 250 mL 乙醇(95%)中,再加入 80 mL 水,摇匀。

4.9.2.5 铁标准贮备溶液:1 mL 含有 0.1 mg Fe 。

称取 0.1000 g 高纯铁,精确到 0.2 mg ,置于 150 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸,缓慢加热直到完全溶解。冷却,全部转移到 1000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.9.2.6 铁标准溶液:1 mL 含有 0.010 mg Fe 。

移取 10.00 mL 铁标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

4.9.3 仪器、设备

- 4.9.3.1 酸度计:精度 0.02pH 单位。配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。
- 4.9.3.2 分光光度计:带有厚度为 3 cm 的吸收池。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL (试剂空白)、 2.00 mL 、 4.00 mL 、 6.00 mL 、 8.00 mL 、 10.00 mL 铁标准溶液于 6 个 100 mL 烧杯中,各加 40 mL 水,使用酸度计用盐酸溶液将溶液 pH 值调至 $1.5\sim 2.0$ 。分别加入 2 mL 盐酸羟胺溶液,混匀。然后加入 2 mL 邻菲罗啉溶液,混匀后,使用酸度计用氨水溶液将溶液 pH

值调至 5.2~5.8。在可调电炉上将溶液加热煮沸 10 min~15 min,取下冷却至室温,将冷却后的溶液转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

使用分光光度计,用 3 cm 吸收池,在 510 nm 波长处,以试剂空白为参比测定其吸光度。

以铁含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.9.4.2 测定

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,用水稀释至约 40 mL。使用酸度计用盐酸溶液或氨水溶液将溶液 pH 值调至 1.5~2.0,以下按 4.9.4.1 从“分别加入 2 mL 盐酸羟胺溶液……”至“……以试剂空白为参比测定其吸光度”操作。

4.9.5 结果计算

铁(以 Fe 计)含量以 w_7 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(8)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 \times 1\,000}{m} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试液吸光度从校准曲线上查出的铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.9.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 $\mu\text{g/g}$ 。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目。

5.2 验收时间从货到之日起 15 d 内进行。

5.3 每批产品不超过 25 t。

5.4 按 GB/T 6678 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 3 个月备查。

5.5 按 GB/T 8170 中修约值比较法进行判定。

5.6 检验结果中如果有一项指标不符合本标准要求时,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要求时,整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输及贮存

6.1 羟基亚乙基二磷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、商标、批号或生产日期、净质量、厂址及 GB/T 191 规定的“向上”标志。

6.2 每批出厂的羟基亚乙基二磷酸都应附有产品质量检验报告及质量合格证。

6.3 羟基亚乙基二磷酸采用聚乙烯塑料桶包装。

6.4 运输时防止曝晒,贮存在通风干燥的库房里。

6.5 羟基亚乙基二磷酸的贮存期为一年。

附录 A

(资料性附录)

羟基亚乙基二膦酸活性组分的测定 容量法

A.1 方法提要

羟基亚乙基二膦酸中电离出的氢离子与氢氧根离子反应,在反应过程中产生两个突跃点,用电位滴定仪或配有记录仪的酸度计绘制滴定曲线,然后根据滴定曲线来计算活性组分含量。

A.2 试剂和材料

氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 1.0 mol/L。

A.3 仪器、设备

电位滴定仪或酸度计(配有记录仪)。

A.4 分析步骤

称取约 1.0 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加水 80 mL。将盛有试样的烧杯置于电磁搅拌器上,搅匀,将电极插入烧杯中,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,同时绘制滴定曲线,在通过第一个 pH 突跃点时,放慢滴定速度,并开始记录滴定曲线上各个点,当滴定进行到通过两个完整的突跃点时停止滴定。

A.5 结果计算

活性组分(以 HEDP 计)以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(A.1)计算:

$$w_2 = \frac{(Vc/1\,000 - 2w_4m/100M_2 - 2w_3m/100M_3)M_1/3}{m} \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

V ——通过第二个突跃点时所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

w_3 ——4.3 测得的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量, %;

w_4 ——4.4 测得的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量, %;

M_1 ——羟基亚乙基二膦酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 206.03$);

M_2 ——亚磷酸根的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 78.97$);

M_3 ——磷酸根的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_3 = 94.97$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

A.6 允许差

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