

工业循环冷却水磷系复合抑制剂中
羟基乙叉二膦酸(HEDPA)测定方法

代替 HG 5—1525—82

本方法适用于测定磷系复合抑制剂中羟基乙叉二膦酸(HEDPA)。

1 方法提要

本方法基于 HEDPA 能与 Th-EDTA 络合物形成一种非常稳定的双核三元络合物,在过量 EDTA 存在下,以二甲酚橙作指示剂,用硝酸钍标准溶液直接测定样品溶液中的 HEDPA 含量。

2 试剂

- 2.1 六次甲基四胺:20%溶液;
- 2.2 二甲酚橙:0.2%溶液;
- 2.3 盐酸:1+10 溶液;
- 2.4 氧化锌:基准试剂;
- 2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA);
- 2.6 硝酸钍($\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

3 准备工作

3.1 0.05MEDTA 标准溶液

3.1.1 配制:称取 20gEDTA,溶于 1L 水中,混匀。

3.1.2 标定:同“钙离子测定法”3.4.2 条。

3.2 0.05M 硝酸钍标准溶液。

3.2.1 配制:称取 14.7g 硝酸钍,溶于 500mL 水中。

3.2.2 标定:若无纯的 HEDPA 试剂标定硝酸钍溶液的浓度,可用 0.05MEDTA 标准溶液标定,方法如下:取配制的硝酸钍标准溶液 25mL 于 250mL 锥形瓶中,加 4 滴二甲酚橙指示剂,用 0.05M 的 EDTA 标准溶液滴至紫红色变为橙色即为终点。用式(1)计算硝酸钍标准溶液摩尔浓度 M_1 :

$$M_1 = \frac{M_2 \cdot V_2}{25} \dots\dots\dots (1)$$

式中: M_2 ——EDTA 标准溶液摩尔浓度;

V_2 ——EDTA 标准溶液的用量(mL)。

3.3 样品溶液:称取 8g 磷系复合抑制样品于 200mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4 试验步骤

用滴定管取样品溶液约 5mL 于 250mL 锥形瓶中,加 10mL0.05MEDTA 标准溶液及 15mL20%的六次甲基四胺溶液,加 3 滴二甲酚橙,滴加 1+10 盐酸使溶液从紫红色到橙黄色,然后用滴定管滴加 0.05M 硝酸钍标准溶液,至溶液由橙黄色变为紫红色,记下消耗的硝酸钍标准溶液的毫升数 V_1 。再继续