



中华人民共和国国家标准

GB/T 27812—2011

水处理剂 多氨基多醚基亚甲基膦酸 (PAPEMP)

Water treatment chemicals—Polyamino polyether methylene phosphonate
(PAPEMP)

2011-12-30 发布

2012-06-01 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。

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技术委员会(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准起草单位:江苏江海化工集团有限公司、南京化工学院常州市武进水质稳定剂厂、河南清水源科技股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、山东省泰和水处理有限公司、常州市武进精细化工厂有限公司、深圳市华测检测有限公司、上海淼清水处理有限公司。

本标准主要起草人:吴文导、常春华、杨海星、李琳、王忠英、谈菊瀚、武广元、蒋毅章。

水处理剂 多氨基多醚基亚甲基磷酸 (PAPEMP)

警告——本标准使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

1 范围

本标准规定了水处理剂多氨基多醚基亚甲基磷酸(PAPEMP)的要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输、贮存和安全要求。

本标准适用于以端氨基聚醚、亚磷酸或三氯化磷、甲醛等为原料合成而得的多氨基多醚基亚甲基磷酸(PAPEMP)产品。本产品主要用于工业水处理作阻垢缓蚀剂和印染行业作过氧化物稳定剂及金属螯合剂。

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 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—2002,6353-1:1982,NEQ)

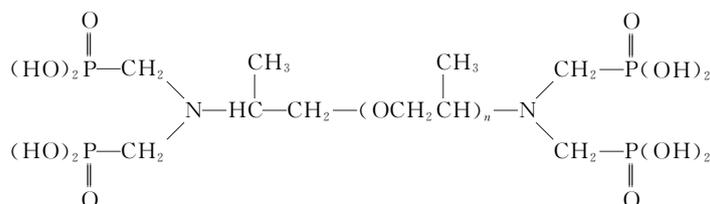
GB/T 6678 化工产品采样总则

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 结构式和相对分子质量

3.1 结构式



3.2 相对分子质量

约 600(结构式中 n 在 2~3 之间)(按 2007 年国际相对原子质量)。

4 要求

4.1 外观:淡黄色或黄色透明液体。

4.2 水处理剂多氨基多醚基亚甲基磷酸(PAPEMP)按相应的试验方法测定应符合表 1 的规定。

表 1

指标名称	指 标	试验方法
活性组分(以 PAPEMP 计)质量分数/%	\geq 36.0	5.3
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)质量分数/%	\leq 2.5	5.4
磷酸(以 PO_4^{3-} 计)质量分数/%	\leq 1.0	5.5
pH(10 g/L 水溶液)	\leq 2.0	5.6
密度(20 °C)/(g/cm ³)	\geq 1.15	5.7
铁(以 Fe 计)质量分数/($\mu\text{g/g}$)	\leq 35	5.8

5 试验方法

5.1 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、杂质测定用标准溶液、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 的规定制备。

5.2 鉴别

5.2.1 方法提要

多氨基多醚基亚甲基磷酸中的每一个碳原子在¹³C 核磁共振谱图上都有特定的化学位移,并且其谱图与其他水处理剂不相同,其特征化学位移如表 2,特征谱图参见附录 A 图 A.1。

表 2

化学位移 δ	归 属
~61, ~65	与磷原子相连的亚甲基碳

多氨基多醚基亚甲基磷酸在³¹P 谱中具有特定的化学位移,与其他含磷化合物、异构体中的磷原子出峰位置有所不同。其特征化学位移和积分面积百分数应符合表 3 要求,特征谱图参见附录 A 图 A.2。

表 3

化学位移 δ	归 属	积分面积	面积百分数/%
~9	PAPEMP 上的磷原子	A_x	>80
其他位移	试样中的杂质磷原子		

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 二氧六环。

5.2.2.2 重水。

5.2.2.3 磷酸。

5.2.3 仪器

5.2.3.1 傅里叶变换核磁共振仪:频率 300 MHz 以上。

5.2.3.2 样品管:外径 5 mm,长度约 18 cm 管,测碳谱用;外径 10 mm,长度约 20 cm 管,测磷谱用。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 碳谱:直接将试样原液移入核磁共振测定专用样品管中,再加入封有重水的毛细管供锁场用。在宽带去偶、脉冲间隔为 3 s 的条件下进行定性测定。定标采用二氧六环间接标准($\delta_0 = 67.8$)。试样的谱图应与附录 A 图 A.1 吻合。

5.2.4.2 磷谱:直接用原液测定,重水锁场。在反门控去偶、脉冲间隔为 30 s,85%磷酸作基准(外标 $\delta_0 = 0$)条件下进行测定。FID 信号不加窗函数(LB=0)处理。当主峰(PAPEMP 峰)高度大至 30 cm 时,其基座(峰底宽)不应超过 1.5 个化学位移单位,否则重新匀场,改善谱峰的分辨率。对于主峰基座上的小杂峰,当其积分值小于主峰面积的 0.5%时,可以不去修正它们对主峰的影响,否则须从主峰积分值中扣除这些杂质峰的影响。

积分面积百分数 W ,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$W = \frac{A_x}{A_T} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_x —— $\delta \approx 9$ 主峰的积分面积;

A_T —— 磷谱中全部峰的积分面积。

试样的谱图应与附录 A 图 A.2 吻合,积分面积应大于 80%。

5.3 活性组分含量的测定

5.3.1 方法提要

多氨基多醚基亚甲基磷酸中含有的有机磷酸、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 B 用容量法测定活性组分的含量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 硝酸。

5.3.2.2 过硫酸钾。

5.3.2.3 硫酸溶液:1+4。

5.3.2.4 硝酸溶液:1+1。

5.3.2.5 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。

5.3.3 仪器

坩埚式过滤器:滤板孔径为 5 μm~15 μm。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 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。

5.3.4.2 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 3~4 次。

用预先于(180±5)℃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±5)℃下烘干至恒量。

5.3.5 结果计算

总磷(以 P 计)含量以质量分数 w_0 计,按式(2)计算:

$$w_0 = \frac{m_1 M_1 / M_2}{m \times 10 / 500} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_1 —— 磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);
- m —— 试料质量的数值,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)($M_2 = 2\ 212.73$)。

活性组分(以 PAPEMP 计)以质量分数 w_1 计,按式(3)计算:

$$w_1 = \left(w_0 - w_2 \frac{M_1}{M_2} - w_3 \frac{M_1}{M_3} \right) \frac{M_4}{4M_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- w_0 —— 总磷(以 P 计)的质量分数,%;
- w_2 —— 按 5.4 测得的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)的质量分数,%;
- w_3 —— 按 5.5 测得的磷酸(以 PO_4^{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 —— 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_3 —— 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_4 —— PAPEMP 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_4 = 600$)。

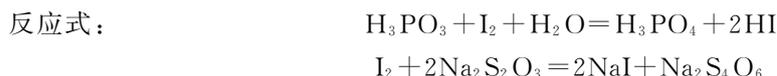
5.3.6 允许差

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0.3%。

5.4 亚磷酸含量的测定

5.4.1 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。



5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 五硼酸铵饱和溶液。

5.4.2.2 乙酸溶液:6 mol/L。

5.4.2.3 碘标准溶液: $c(\frac{1}{2}\text{I}_2)$ 约0.1 mol/L。

5.4.2.4 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。

5.4.2.5 淀粉指示液:5 g/L。

5.4.3 分析步骤

称取约1.5 g试样,精确至0.2 mg,于250 mL碘量瓶中,加50 mL水,移取50.0 mL五硼酸铵饱和溶液于250 mL碘量瓶中,加入25.00 mL碘标准溶液,立即盖好瓶塞,水封,于室温(20℃~25℃)下暗处放置15 min,然后加入5 mL乙酸溶液,以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅黄色时,加3 mL淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。同时作空白试验。

5.4.4 结果计算

亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量以质量分数 w_2 计,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0/1\ 000 - V/1\ 000)cM/2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

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 ——测定试样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 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.4.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,平行测定结果的绝对值不大于0.20%。

5.5 磷酸含量的测定

5.5.1 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。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 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。

5.5.2.2 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。

5.5.2.3 磷酸盐标准贮备溶液:1 mL 含有 0.1 mg PO_4^{3-} 。

5.5.2.4 磷酸盐标准溶液:1 mL 含有 0.02 mg PO_4^{3-} 。移取 20.00 mL 磷酸盐标准贮备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.5.3 仪器

分光光度计:带有厚度为 1 cm 的吸收池。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 校准曲线的绘制

在 7 个 50 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL(试剂空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 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 PO_4^{3-} 含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.5.4.2 测定

移取 1.00 mL 试液 A(5.3.4.1),置于 50 mL 容量瓶中,加水至约 25 mL。以下按 5.5.4.1 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。

5.5.5 结果计算

磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量分数 w_3 计,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 1/500} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

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 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.5.6 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 0.05%。

5.6 pH 值的测定

5.6.1 仪器

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。

5.6.2 分析步骤

称取 1.00 g±0.01 g 试样,用水溶解后,全部转移到 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

将试样溶液倒入烧杯中,置于磁力搅拌器上,将电极浸入被测溶液中,开动搅拌,在已定位的酸度计上读出 pH 值。

5.7 密度的测定

5.7.1 方法提要

由密度计在被测液体中达到平衡状态时所浸没的深度读出该液体的密度。

5.7.2 仪器、设备

5.7.2.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm^3 。

5.7.2.2 恒温水浴:可控温度 $(20 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 。

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

5.7.2.4 量筒:250 mL 或 500 mL。

5.7.3 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°C 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,不能与筒壁接触,密度计的上端露在外面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(标有弯月面上缘刻度的密度计除外),即为 20°C 时试样的密度。

5.8 铁含量的测定

5.8.1 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 4~6 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。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.8.2.2 氨水溶液:1+1。

5.8.2.3 盐酸羟胺溶液:200 g/L。

5.8.2.4 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 “95%乙醇”中,再加入 80 mL 水,摇匀即可。

5.8.2.5 铁标准贮备溶液:1 mL 含有 0.1 mgFe。

5.8.2.6 铁标准溶液:1 mL 含有 0.01 mgFe。移取铁标准贮备溶液 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.8.3 仪器

分光光度计:带有厚度为 3 cm 的吸收池。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 校准曲线的绘制

分别取 0.00 mL(试剂空白溶液)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁

标准溶液于 7 个 100 mL 烧杯中,各加水 40 mL,如有必要,借助 pH 计用盐酸溶液将溶液的 pH 值调至 1.5~2.0。分别加入 2 mL 盐酸羟胺溶液,混匀,再依次加入 2 mL 邻菲罗啉溶液,混匀后,借助 pH 计用氨水溶液将溶液的 pH 值调至 5.2~5.8,在可调电炉上将溶液加热至沸,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,以试剂空白溶液为参比测定其吸光度。

以铁的毫克数(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.8.4.2 测定

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.2 mg,全部转移到 100 mL 烧杯,稀释至约 40 mL。借助 pH 计用盐酸溶液或氨水溶液将其 pH 值调至 1.5~2.0。以下按 5.8.4.1 从“分别加入 2 mL 盐酸羟胺溶液……”至“……以试剂空白溶液为参比测定其吸光度”操作。

5.8.5 结果计算

铁(Fe)含量以质量分数 w_4 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^3}{m} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查出的试样中铁含量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.8.6 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 0.5 $\mu\text{g/g}$ 。

6 检验规则

6.1 本标准规定的全部指标项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每六个月至少进行一次型式检验。其中活性组分、亚磷酸、磷酸、pH、密度、铁等六项指标项目应逐批检验。

6.2 每批产品应不超过 20 t。

6.3 水处理剂多氨基多醚基亚甲基膦酸(PAPEMP)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。

6.4 水处理剂多氨基多醚基亚甲基膦酸(PAPEMP)的验收时间从货到之日起 15 d 内进行。

6.5 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。采样时先充分混匀,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。

6.6 按 GB/T 8170 中修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

6.7 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。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 水处理剂多氨基多醚基亚甲基膦酸(PAPEMP)的外包装上应涂刷牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB/T 191 规定的“向上”标志。

- 7.2 每批出厂的水处理剂多氨基多醚基亚甲基膦酸(PAPEMP)都应附有质量检验报告及质量合格证。
- 7.3 水处理剂多氨基多醚基亚甲基膦酸(PAPEMP)用塑料桶包装。长途运输时,如需要外包装,由供需双方另行协商。
- 7.4 运输时要严防暴晒,贮存在通风干燥的库房里。在运输过程中不得重压和剧烈碰撞。
- 7.5 水处理剂多氨基多醚基亚甲基膦酸(PAPEMP)的贮存期为 12 个月。

8 安全要求

水处理剂多氨基多醚基亚甲基膦酸(PAPEMP)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,避免和皮肤直接接触。

附 录 A
(规范性附录)

多氨基多醚基亚甲基磷酸(PAPEMP)核磁共振谱图

A.1 多氨基多醚基亚甲基磷酸(PAPEMP)¹³C 核磁共振谱图

多氨基多醚基亚甲基磷酸(PAPEMP)¹³C 核磁共振谱图见图 A.1。

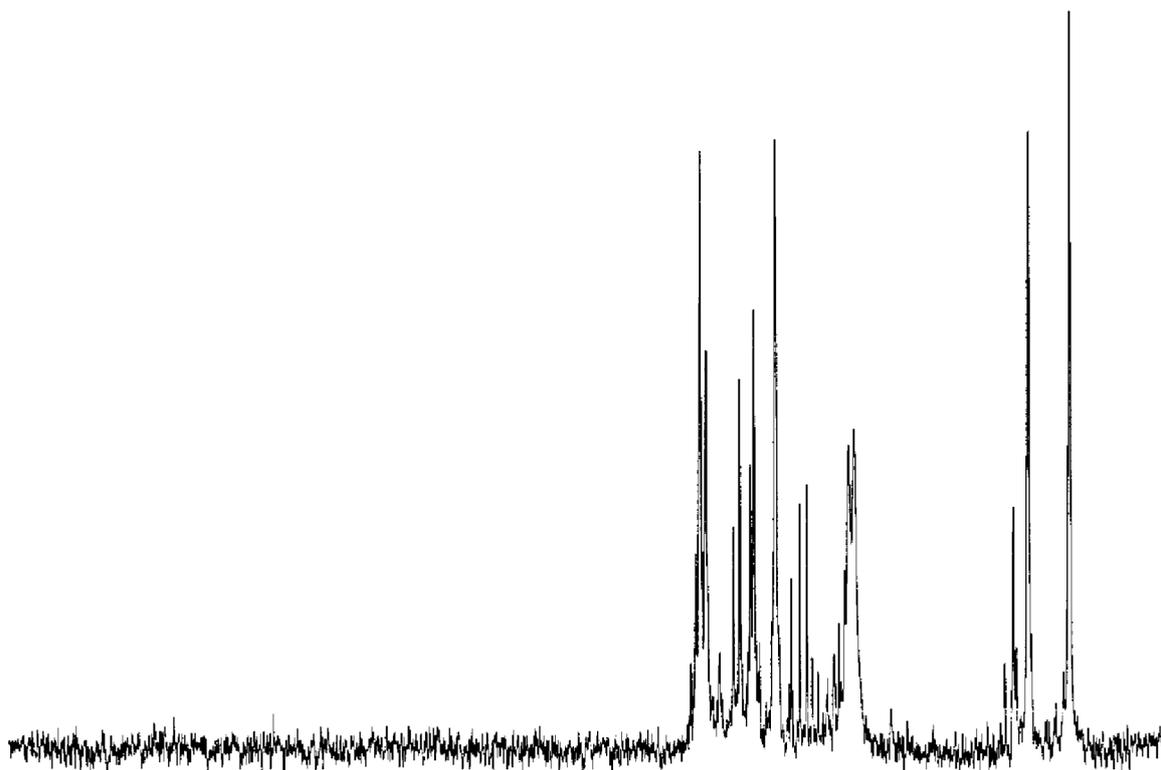


图 A.1

A.2 多氨基多醚基亚甲基磷酸(PAPEMP)³¹P 核磁共振谱图

多氨基多醚基亚甲基磷酸(PAPEMP)³¹P 核磁共振谱图见图 A.2。

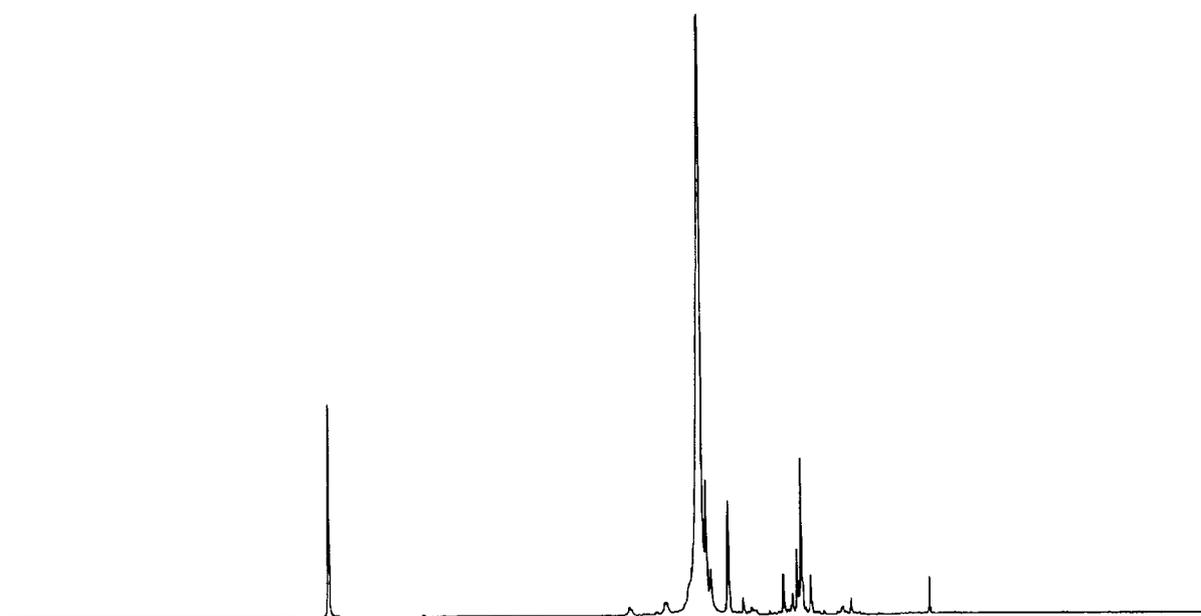


图 A.2

附录 B

(资料性附录)

多氨基多醚基亚甲基磷酸活性组分的测定 容量法

B.1 方法提要

多氨基多醚基亚甲基磷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,用自动记录仪绘制滴定曲线,然后根据滴定曲线来计算活性组分含量。

B.2 试剂和材料

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

B.3 仪器

自动电位滴定仪或 pH 计带记录仪。

B.4 分析步骤

B.4.1 试样溶液的制备

称取约 0.8 g 试样,精确至 0.2 mg,于 100 mL 烧杯中,加水 80 mL。

B.4.2 测定

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,同时记录仪绘制滴定曲线,在出现第一个突跃点时,放慢滴定速度,并开始记录滴定曲线上各个点所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,滴定至出现第二个突跃点后,停止滴定,记录两个突跃点之间所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

B.5 结果计算

多氨基多醚基亚甲基磷酸的活性组分含量以质量分数 ω_1 计,数值以 % 表示,按式(B.1)计算:

$$\omega_1 = \frac{VcM_1/4}{1\ 000m} - \omega_2 \frac{M_1}{4M_2} - \omega_3 \frac{M_1}{4M_3} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

V ——两个突跃点之间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);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

ω_2 ——按 5.4 测得的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)的质量分数, %;

ω_3 ——按 5.5 测得的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)的质量分数, %;

M_1 ——PAPEMP 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 600$);

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)($M_3=94.97$)。

B.6 允许差

取平行测定结果和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0.2%。
