

# DB4401

广 州 市 地 方 标 准

DB4401/T 114—2021

代替 DBJ440100/T 176-2013

## 锅炉水中羟基乙叉二膦酸（HEDP） 含量的测定

Determination of 1-hydroxyethylidene-1,1-diphosphonate acid in boiler water

地方标准信息服务平台

2021-10-21 发布

2021-11-15 实施

广州市市场监督管理局 发布



## 目 次

前言.....	III
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法提要.....	1
5 仪器.....	1
6 试剂.....	1
7 分析步骤.....	2
8 结果计算.....	3
9 允许差.....	3
10 试验报告.....	3

地方标准信息服务平台

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替DBJ440100/T 176-2013《锅炉水中羟基乙叉二膦酸（HEDP）含量的测定》，与DBJ440100/T 176-2013相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 标题修改为《锅炉水中羟基乙叉二膦酸（HEDP）含量的测定》。
- 修改了适用范围，锅水改为锅炉水；
- 修改了方法提要表述；
- 修改了文中除盐水表述；
- 修改了标准曲线配制体积；
- 修改了样品测定步骤的内容和计算公式。

本文件由广州市市场监督管理局提出并归口。

本文件起草单位：广州特种承压设备检测研究院，哈尔滨市锅炉压力容器检验研究院。

本文件主要起草人：刘娟、蒋志远、李茂东、许贤顺、邝锦仪、余芬、李锐、赖广运、周波。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- DBJ440100/T 176-2013；
- 本次为第一次修订。

地方标准信息服务平台

# 锅炉水中羟基乙叉二膦酸（HEDP）含量的测定

## 1 范围

本文件规定了锅炉水中羟基乙叉二膦酸（简称HEDP）含量的测定方法。

本文件适用于额定蒸汽压力小于3.8 MPa的锅炉水中0 mg/L~10 mg/L HEDP含量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件。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 601 化学试剂滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂试验方法中所有制剂及制品的制备法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- DL/T 502.2 火力发电厂水汽分析方法 第2部分：水汽样品的采集

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 方法提要

在pH小于2.0的溶液中，三价铁离子与硫氰酸钾能形成血红色络合物。当存在HEDP时，HEDP能与硫氰根发生置换，与三价铁离子形成稳定的络合物，导致硫氰酸铁络合物溶液的颜色发生变化，溶液吸光度在最佳波长470 nm处与其中HEDP的浓度呈线性关系，从而测得样品中HEDP的含量。

## 5 仪器

- 5.1 可见光分光光度计：可在波长（470±1）nm使用，配有10 mm比色皿。
- 5.2 具塞采样瓶：聚乙烯材质，容积为500mL或1000mL。

## 6 试剂

6.1 本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合GB/T 6682 二级水的规定。试验中所需杂质测定用标准溶液、制剂和制品，在没有特殊注明时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603之规定制备。

6.2 盐酸。

6.3 盐酸溶液：1+1。

6.4 硝酸。

6.5 硫氰酸钾溶液：100g/L。

称取硫氰酸钾（KSCN）10.00 ± 0.01g，用水使之充分溶解，在 100 mL 容量瓶中加水至刻度线。

6.6 铁盐溶液：5g/L。

准确称取硝酸铁（Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O）0.50 ± 0.01 g，用水使之充分溶解，加入 1 mL 硝酸，在 100 mL 容量瓶中加水至刻度线。

6.7 HEDP 标准贮备溶液：1 mg/mL。

准确称取 0.1000 ± 0.0002 g HEDP 固体，加水溶解，在 100 mL 容量瓶中加水至刻度线，摇匀。此溶液 1.00 mL 含 1.0 mg HEDP。该溶液有效期 2 个月。

6.8 HEDP 标准溶液：0.1 mg/mL。

用移液管移取 HEDP 标准贮备溶液 10.00 mL，在 100 mL 容量瓶中加水至刻度线，摇匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg HEDP。该溶液有效期 2 个月。

## 7 分析步骤

7.1 按照 DL/T 502.2 的规定执行锅炉水样品的采集与存放。

### 7.2 标准曲线

7.2.1 分别移取 HEDP 标准溶液 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于一组 50 mL 的容量瓶中，加入约 20 mL 水摇匀。

7.2.2 依次加入 0.50 mL（1+1）盐酸溶液。加入 1.00 mL 铁盐溶液，摇匀后静置 5 min。依次加入 2.00 mL 硫氰酸钾溶液，在 50 mL 容量瓶中加水至刻度线，摇匀，放置 15 min。此系列标准溶液浓度见表 1。

表 1 标准曲线质量浓度

编号	1	2	3	4	5	6
HEDP标准溶液体积（mL）	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
溶液含HEDP质量浓度（mg/L）	0.00	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00

7.2.3 在分光光度计上波长 470 nm 处，用 10 mm 比色皿，用水调零，测定标准曲线的吸光度。未加 HEDP 的溶液吸光度为空白吸光度。

7.2.4 以测得吸光度与空白吸光度差值为纵坐标，相对应的 HEDP 浓度（mg/L）为横坐标，绘制标准曲线，其线性相关系数应大于 0.995，否则应重新制作标准曲线。

### 7.3 样品测定

7.3.1 用移液管移取待测样品 40.0 mL，注入 50 mL 容量瓶中。同时移取 40.0 mL 水做空白。

7.3.2 按步骤 7.2.2~7.2.4 操作，测定其吸光度。

7.3.3 根据测得样品吸光度与空白吸光度的差值，查标准曲线求相对应的 HEDP 含量 (mg/L)。

## 8 结果计算

样品中 HEDP 的含量以质量浓度  $\rho_{HEDP}$  计，数值以毫克每升 (mg/L) 表示，按式 (1) 计算：

$$\rho_{HEDP} = \frac{a}{40} \times 50 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $\rho_{HEDP}$  ——待测样品中 HEDP 的含量，单位为毫克每升 (mg/L)；
- $a$  ——由校准曲线查得的 HEDP 的含量，单位为毫克每升 (mg/L)；
- 40 ——样品的体积，单位为毫升 (mL)；
- 50 ——定容体积，单位为毫升 (mL)。

## 9 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应符合表 2 的规定。

表 2 允许差

HEDP 的含量 (mg/L)	允许差 (mg/L)
$\leq 10.00$	$\leq 0.50$

## 10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本文件编号；
- b) 试样编号和标志；
- c) 送样单位和人员；
- d) 仪器型号和编号；
- e) 试验温湿度；
- f) 试验结果；
- g) 试验、审核人员及日期。