

ICS 13.060.99;71.100.40
备案号 151—1997

中华人民共和国化工行业标准

水处理剂 氨基三甲叉膦酸(固体) HG/T 2840—1997

Water treatment chemicals—Amino
trimethylene phosphonic acid(solid)

1 范围

本标准规定了水处理剂 氨基三甲叉膦酸(固体)的技术要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输和贮存。

该产品主要用作工业水处理中的阻垢剂、缓蚀剂。

分子式: $\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{H}_2)_3$

相对分子质量:299.0(按1993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/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 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—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

3 要求

3.1 外观:白色颗粒状固体。

3.2 氨基三甲叉膦酸(固体)应符合表1要求。

表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
活性组分, % $\geq$	80.0	75.0	70.0
氨基三甲叉膦酸含量, % $\geq$	75.0	65.0	55.0
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量, % $\leq$	2.0	4.0	8.0
磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量, % $\leq$	1.0	1.0	2.0
氯化物(以 Cl^- 计)含量, % $\leq$	2.5	4.0	6.0

中华人民共和国化学工业部 1997-02-04批准

1997-10-01实施

续表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
水分, %	≤ 12	15	17
水不溶物含量, %	≤ 0.05	0.05	0.05
pH(1%水溶液)	1.2~1.6	1.2~1.6	1.2~1.6

4 采样

4.1 按GB/T 6678第6.6条的规定确定采样单元数。

4.2 使用采样管沿包装袋的垂直中心线插入到袋深的三分之二处采样。将所采样品混匀,用四分法缩分至约400 g,分装于两个清洁、干燥的广口瓶或聚乙烯瓶中,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。

4.3 检验结果如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进行核验,核验结果有一项指标不符合本标准的要求时,整批产品不能验收。

5 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。

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

采用GB/T 1250规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

5.1 活性组分的测定

5.1.1 方法提要

在 $\text{pH} \approx 10$ 的介质中,有机磷酸与铜离子形成稳定的络合物,以紫脲酸铵作指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液滴定。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 硫酸铜: $c(\text{CuSO}_4)$ 约0.02 mol/L标准滴定溶液。

5.1.2.2 氢氧化钠:8 g/L溶液。

5.1.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液, $\text{pH} \approx 10$ 。

5.1.2.4 中性红:1 g/L 60%乙醇溶液。

5.1.2.5 紫脲酸铵:1 g紫脲酸铵与100 g氯化钠研磨,混匀。

5.1.3 分析步骤

5.1.3.1 试液的制备

称取约2 g试样(精确至0.000 2 g),加水溶解。全部转移到500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为试液A。

5.1.3.2 测定

移取20.00 mL试液A,置于250 mL锥形瓶中。加入20 mL水、1~2滴中性红指示液,滴加氢氧化钠溶液,至溶液由红色变为黄色为止。加5 mL氨-氯化铵缓冲溶液、0.1 g紫脲酸铵指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液滴定至溶液呈黄绿色即为终点。滴定时溶液温度不得低于20℃。

5.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的活性组分 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \left[\frac{c \times V \times 0.299}{m_0 \times \frac{20}{500}} \times 100 - X_2 \right] \times \frac{0.205}{0.299} + X_2$$

$$= \frac{512.5 \times c \times V}{m_0} + 0.314 X_2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——硫酸铜标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定中消耗的硫酸铜标准滴定溶液的体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g;

X_2 ——5.2条测得的氨基三甲叉磷酸的含量, %;

0.299——与1.00 mL 硫酸铜溶液 [$c(\text{CuSO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氨基三甲叉磷酸的质量;

0.205——与1.00 mL 硫酸铜溶液 [$c(\text{CuSO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的亚氨基二甲叉磷酸的质量。

5.1.5 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0.7%。

5.2 氨基三甲叉磷酸含量的测定

5.2.1 方法提要

在 $\text{pH} \approx 10$ 的介质中, 氨基三甲叉磷酸与锌离子形成稳定的络合物。在试液中加入过量的氯化锌标准滴定溶液, 以铬黑T为指示剂, 用EDTA标准滴定溶液滴定。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 氯化锌: $c(\text{ZnCl}_2)$ 约0.015 mol/L 标准滴定溶液。

5.2.2.2 乙二胺四乙酸二钠: $c(\text{EDTA})$ 约0.015 mol/L 标准滴定溶液。

5.2.2.3 氢氧化钠: 8 g/L 溶液。

5.2.2.4 氨-氯化铵缓冲溶液, $\text{pH} \approx 10$ 。

5.2.2.5 中性红: 1 g/L 60%乙醇溶液。

5.2.2.6 铬黑T: 1 g/L 溶液。

5.2.3 分析步骤

移取20.00 mL 试液A, 置于500 mL 锥形瓶中。加1滴中性红指示液, 滴加氢氧化钠溶液至溶液由红色变为黄色为止。加入5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液, 再用移液管加入20.00 mL 氯化锌标准滴定溶液, 加热至 $40^\circ\text{C} \sim 70^\circ\text{C}$ 。冷却至室温, 加1~2滴铬黑T指示液、10 mL 水, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为蓝色即为终点。

5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氨基三甲叉磷酸含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(c_2 V_2 - c_1 V_1) \times 0.299}{m_0 \times \frac{20}{500}} \times 100$$

$$= \frac{(c_2 V_2 - c_1 V_1) \times 747.5}{m_0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: c_2 ——氯化锌标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_2 ——加入的氯化锌标准滴定溶液体积, mL;

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

m_0 ——试料质量, g;

0.299——与1.00 mL 氯化锌溶液 [$c(\text{ZnCl}_2) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氨基三甲叉磷酸的

质量。

5.2.5 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0.5%。

5.3 亚磷酸含量的测定

5.3.1 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。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 五硼酸铵($\text{NH}_4\text{B}_5\text{O}_{10} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$):饱和溶液。

5.3.2.2 硫酸:1+3溶液。

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

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

5.3.2.5 可溶性淀粉:10 g/L溶液。

5.3.3 分析步骤

移取50.00 mL试液A,置于500 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,盖好瓶塞,于暗处放置10 min。加入10 mL硫酸溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加入1 mL~2 mL淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。操作时溶液温度不得低于20℃。

在另一500 mL碘量瓶中,加入50 mL水。与测定同时,按相同的步骤,加入同体积的所有试剂进行空白试验。

5.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚磷酸盐以(PO_3^{3-} 计)含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{c(V_0 - V) \times 0.0395}{m_0 \times \frac{50}{500}} \times 100$$

$$= \frac{39.5 \times c(V_0 - V)}{m_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

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;

m_0 ——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。

5.3.5 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0.2%。

5.4 磷酸含量的测定

5.4.1 方法提要

在酸性条件下,正磷酸根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。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 抗坏血酸:20 g/L溶液。

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。

5.4.2.2 钼酸铵:26 g/L溶液。

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 浓硫酸。冷却后用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中。

5.4.2.3 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。

5.4.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.4.3.1 分光光度计:带有厚度为 1 cm 的吸收池。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 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 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,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。

5.4.4.2 测定

用移液管移取 2.0 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。

5.4.5 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_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{2}{500}} \times 100$$

$$= \frac{25(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (4)$$

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。

5.4.6 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%。

5.5 氯化物含量的测定

5.5.1 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。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 硝酸:1+3 溶液。

5.5.2.2 硝酸银:17 g/L 溶液。

5.5.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 含 0.1 mg Cl。

5.5.3 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 1.00 mL、一等品取 1.60 mL、合格

品取 2.40 mL),置于 50 mL 比色管中,与试液同时同样处理。

5.6 水分的测定

5.6.1 仪器、设备

5.6.1.1 称量瓶: d 50 mm $\times$ 30 mm。

5.6.2 分析步骤

用预先于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥恒重的称量瓶称取约 2 g 试样, (精确至 0.000 2 g), 于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重。

5.6.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分 X_5 按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_1 ——干燥前试料质量, g;

m_2 ——干燥后试料质量, g。

5.6.4 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 0.5%。

5.7 水不溶物含量的测定

5.7.1 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.7.1.1 坩埚式过滤器: 滤板孔径 5 μm ~ 15 μm 。

5.7.2 分析步骤

称取约 5 g 试样 (精确至 0.000 2 g), 加 100 mL 水, 充分搅拌溶解。用预先于 $110^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥恒重的坩埚式过滤器过滤, 用水洗涤 3~4 次, 每次用水 25 mL。于 $110^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重。

5.7.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 X_6 按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中: m_2 ——坩埚和不溶物的质量, g;

m_1 ——坩埚的质量, g;

m_0 ——试料质量, g。

5.7.4 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 0.01%。

5.8 pH 值的测定

5.8.1 仪器、设备

5.8.1.1 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。

5.8.2 分析步骤

称取 1.00 g $\pm$ 0.01 g 试样, 加水溶解, 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。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 水处理剂氨基三甲叉膦酸(固体)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、厂址及本标准编号。

6.2 每批出厂的水处理剂氨基三甲叉膦酸(固体)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和本标准编号。

6.3 水处理剂氨基三甲叉膦酸(固体)采用内衬聚乙烯塑料薄膜袋的铁桶包装。每桶净重 20 kg。

6.4 运输时要严防曝晒,贮存在通风干燥的库房里。

6.5 水处理剂氨基三甲叉膦酸(固体)的贮存期为十个月。
