

ICS 13.060.99;71.100.40
备案号 150—1997

中华人民共和国化工行业标准

水处理剂 羟基乙叉二膦酸二钠

HG/T 2839—1997

Water treatment chemicals—Disodium

1-hydroxyethylidene-1,1-diphosphonate, tetrahydrate

1 范围

本标准规定了水处理剂 羟基乙叉二膦酸二钠的技术要求、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缓蚀剂。

分子式： $C_2H_6O_7P_2Na_2 \cdot 4H_2O$

相对分子质量：321.99(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为本标准的条文。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 试验方法中所用制剂及制品的制备(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

GB/T 8946—1988 塑料编织袋

3 要求

3.1 外观：白色粉末。

3.2 羟基乙叉二膦酸二钠应符合表1要求。

表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
活性组分($C_2H_6O_7P_2Na_2 \cdot 4H_2O$), %	≥ 94.0	88.0	82.0
磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量, %	≤ 0.3	0.7	1.0
亚磷酸盐(以 PO_3^{3-} 计)含量, %	≤ 1.0	3.0	5.0
氯化物(以 Cl^- 计)含量, %	≤ 1.0	2.0	3.0
水不溶物含量, %	≤ 0.10	0.10	0.10

中华人民共和国化学工业部 1997-02-04批准

1997-10-01实施

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要求。

5.1 活性组分的测定

5.1.1 方法提要

羟基乙叉二磷酸二钠中含有有机磷酸盐、磷酸盐和亚磷酸盐。加入硫酸和分解剂加热分解,均转变成正磷酸盐。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。减去磷酸盐、亚磷酸盐相当的磷含量后计算出活性组分。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 硫酸:1+4溶液。

5.1.2.2 硝酸。

5.1.2.3 硝酸:1+1溶液。

5.1.2.4 过硫酸钾。

5.1.2.5 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(5.1.2.2)和150 mL水的混合液中;

溶液Ⅲ:量取5 mL 喹啉,溶于35 mL硝酸(5.1.2.2)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。贮于有色玻璃瓶或聚乙烯瓶中。

5.1.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.1.3.1 坩埚式过滤器:滤板孔径为5 μm ~15 μm ;

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 试液的制备

称取约2 g 试样(精确至0.000 2 g)加水溶解。全部转移至500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为试液A,供测定活性组分、磷酸盐、亚磷酸盐、氯化物含量用。

5.1.4.2 测定

移取15.00 mL 试液A,置于400 mL 高型烧杯中。加入10 mL 硫酸溶液,0.5 g 过硫酸钾,盖上表面皿,置于可控电炉上缓慢加热至浓厚白烟几乎赶尽。溶液呈粘稠状,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(5.1.2.3)、50 mL 喹钼柠酮溶液。盖上表面皿,煮沸1 min,冷却至室温。冷却过程中摇动3~4次。

用预先于 $180^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下恒重的坩埚式过滤器以倾析法过滤。在烧杯中洗涤沉淀三次,每次用水 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 $180^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下干燥 45 min,在干燥器中冷却,称量,直至恒重。

5.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的总磷含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times 0.0140}{m_0 \times \frac{15}{500}} \times 100$$

$$= \frac{46.67 m_1}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_0 ——试样质量, g;

m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

0.0140——由磷钼酸喹啉换算成磷的系数。

以质量百分数表示的活性组分($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_7\text{P}_2\text{Na}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = (X_1 - X_3 \times 0.3261 - X_4 \times 0.3922) \times 5.1978 \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_1 ——总磷含量;

X_3 ——5.2条测得的磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量;

0.3261——磷酸根换算成磷的系数;

X_4 ——5.3条测得的亚磷酸盐(以 PO_3^{3-} 计)含量;

0.3922——亚磷酸根换算成磷的系数;

5.1978——磷换算成 $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_7\text{P}_2\text{Na}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 的系数。

5.1.6 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 0.7%。

5.2 磷酸盐含量的测定

5.2.1 方法提要

在酸性条件下,正磷酸盐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。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 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。

5.2.2.2 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。

5.2.2.3 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。

5.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.2.3.1 分光光度计:带有厚度为 1 cm 的吸收池。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 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。

5.2.4.2 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。

5.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{2}{500}} \times 100$$

$$= \frac{25(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (3)$$

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磷酸根的量,mg;

m ——试料质量,g。

5.2.6 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%。

5.3 亚磷酸盐含量的测定

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 250 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,立即盖好瓶塞,于暗处放置 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。

以 50 mL 水代替试液,加入相同体积的所有试剂,按相同的步骤进行空白试验。

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_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(V_0 - V)c \times 0.0395}{m \times \frac{50}{500}} \times 100$$

$$= \frac{(V_0 - V)c \times 39.5}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中: 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;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料质量, g;

0.039 5——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 0.1%。

5.4 氯化物含量的测定

5.4.1 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。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 硝酸: 1+3 溶液。

5.4.2.2 硝酸银: 17 g/L 溶液。

5.4.2.3 氯化物标准溶液: 1 mL 含 0.1 mg Cl。

5.4.3 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 0.40 mL、一等品取 0.80 mL、合格品取 1.20 mL), 置于 50 mL 比色管中, 与试液同时同样处理。

5.5 水不溶物含量的测定

5.5.1 试剂和材料

5.5.1.1 硝酸银: 17 g/L 溶液。

5.5.2 仪器、设备

一般实验室用仪器和

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

5.5.3 分析步骤

称取约 10 g 试样 (精确至 0.01 g), 置于 200 mL 烧杯中, 加 100 mL 水, 加热溶解。用已于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥恒重的坩埚式过滤器过滤, 用热水洗至无氯离子为止 (用硝酸银溶液检查)。于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥至恒重。

5.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 X_5 按式 (5) 计算:

$$X_5 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad (5)$$

式中: m_2 ——干燥后坩埚式过滤器和残渣质量, g;

m_1 ——坩埚式过滤器质量, g;

m_0 ——试料质量, g。

5.5.5 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 0.02%。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 水处理剂羟基乙叉二膦酸二钠的包装袋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羟基乙叉二膦酸二钠应附有质量合格证。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 水处理剂羟基乙叉二膦酸二钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于0.05 mm,外包装采用聚丙烯塑料编织袋,其性能和检验方法应符合GB/T 8946 B型的有关规定。内袋用尼龙绳或质量相当的线绳两次捆扎袋口,外袋用缝包机缝口,针距6 mm~7 mm,缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。每袋净重25 kg、40 kg或50 kg。

6.4 运输时要严防雨淋和日晒,贮存在通风干燥的库房里。

6.5 水处理剂羟基乙叉二膦酸二钠的贮存期为一年。
