

ICS 71. 100. 99

G 77

备案号: 16299—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2841—2005

代替 HG/T 2841—1997

水处理剂 氨基三亚甲基膦酸

Water treatment chemicals-Amino trimethylene phosphonic acid

2005-07-10发布

2006-01-01实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由 HG/T 2841—1997《水处理剂 氨基三甲叉膦酸》修订而成。本标准与 HG/T 2841—1997 的主要差异为：

- 取消了原标准中等级的划分；
- 取消了原标准中钙螯合值指标；
- 将 pH 值(1%水溶液)“1.5~2.5”改为“ ≤ 2.0 ”；
- 增加了氨基三亚甲基膦酸含量指标；
- 增加了铁含量指标。

本标准自实施之日起同时代替 HG/T 2841—1997。

本标准由中华人民共和国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位：河南省济源市清源水处理有限责任公司、江苏江海化工有限公司、天津化工研究院。

本标准主要起草人：王志清、赵荣明、李琳、邵宏谦、朱传俊、白莹。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

本标准首次发布于 1989 年，1997 年第一次修订。

水处理剂 氨基三亚甲基膦酸

1 范围

本标准规定了水处理剂 氨基三亚甲基膦酸(ATMP)的技术要求、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 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191 包装贮运图标志

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(neq ISO 6353/1:1982)

GB/T 603 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 极限数值的表示方法和判定方法

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(eqv ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:无色或微黄色透明液体。

3.2 水处理剂 氨基三亚甲基膦酸应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标
活性组分(以 ATMP 计),%	≥ 50.0
氨基三亚甲基膦酸含量, %	≥ 40.0
亚磷酸(以 PO_3^{2-} 计)含量, %	≤ 3.5
磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量, %	≤ 0.8
氯化物(以 Cl^- 计)含量, %	≤ 2.0
pH 值(10 g/L 水溶液)	≤ 2.0
密度(20℃), g/cm ³	≥ 1.30
铁(以 Fe^{3+} 计)含量, $\mu\text{g/g}$	≤ 20

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682—1992 中规定

的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液及制品,在没有特殊注明时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、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。

4.1 活性组分含量的测定

4.1.1 方法提要

在约 pH8.5 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。

4.1.2 试剂和材料

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

4.1.2.2 硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$):饱和溶液。该溶液加热至 80℃,降至室温时应有硼砂晶体析出。

4.1.2.3 紫脲酸铵:0.5 g 紫脲酸铵与 100 g 干燥的氯化钠研磨,混匀。

4.1.3 分析步骤

4.1.3.1 试液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.2 mg。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。

4.1.3.2 测定

用移液管移取 25 mL 试液 A,置于 200 mL 烧杯中。加水至约 100 mL,将烧杯置于磁力搅拌器上,并放入已校准过的 pH 电极,开启磁力搅拌器。加入硼砂饱和溶液使 pH 值约为 8.5,加适量紫脲酸铵指示剂,使溶液变为粉红色,然后滴加硫酸铜标准滴定溶液至溶液突变为黄绿色即为终点。滴加硫酸铜标准滴定溶液过程中适时加入适量硼砂饱和溶液,确保溶液滴定过程中 pH 值保持 8.5 左右。

4.1.4 分析结果的表述

活性组分含量以质量分数 W_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$W_1 = \frac{VcM}{1000m_0 \times 25/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定中消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫酸铜标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氨基三亚甲基磷酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=299.0$)。

4.1.5 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 0.2%。

4.2 氨基三亚甲基磷酸含量的测定

4.2.1 方法提要

在 pH10 的介质中,氨基三亚甲基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溶液,以铬黑 T 为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 氢氧化钠溶液:8 g/L。

4.2.2.2 氨-氯化铵缓冲溶液(甲):pH≈10。

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

4.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.01 mol/L。

4.2.2.5 中性红指示液:1 g/L 60%乙醇溶液。

4.2.2.6 铬黑 T 指示液:溶解 0.5 g 铬黑 T 于 85 mL 三乙醇胺中,加入 15 mL 乙醇[95%(体积分数)]混匀。

4.2.3 分析步骤

移取 20.00 mL 试液 A,置于 250 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 1 mL 氨-氯化铵缓冲溶液,加入 25.00 mL 氯化锌标准滴定溶液,加热至 40℃~70℃。冷却至室温,加适量铬黑 T 指示液,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。

4.2.4 分析结果的表述

氨基三亚甲基膦酸含量以质量分数 W_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$W_2 = \frac{(V_2 c_2 - V_1 c_1) M}{1000 m_0 \times 20/500} \times 100 \quad \text{..... (2)}$$

式中:

V_2 ——加入氯化锌标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——氯化锌标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——试液消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氨基三亚甲基膦酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=299.0$);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.2.5 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 0.2%。

4.3 亚磷酸含量的测定

4.3.1 方法提要

在 pH 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。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 五硼酸铵($\text{NH}_4\text{B}_3\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$):饱和溶液。

4.3.2.2 乙酸溶液: $c(\text{CH}_3\text{COOH})$ 约 6 mol/L。

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

4.3.2.4 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。

4.3.2.5 可溶性淀粉溶液:10 g/L。

4.3.3 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 500 mL 碘量瓶中。加入 50 mL 五硼酸铵饱和溶液,用移液管加入 25 mL 碘标准溶液,盖好瓶塞,于暗处在(25±2)℃的水浴中放置 15 min,加入 5 mL 乙酸溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色时,加入 1 mL~2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。同时做空白试验。

4.3.4 分析结果的表述

亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量以质量分数 W_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$W_3 = \frac{(V_0 - V)c(M/2)}{1000m} \times 100 \quad \text{..... (3)}$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定中试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——亚磷酸根摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M=79.0$)。

4.3.5 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%。

4.4 磷酸含量的测定

4.4.1 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。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 抗坏血酸溶液:17.6 g/L。

称取8.8 g 抗坏血酸溶于约50 mL水中,加入0.10 g 乙二胺四乙酸二钠及4 mL 甲酸,用水稀释至500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,保存期15天。

4.4.2.2 钼酸铵溶液:6 g/L。

称取3 g 钼酸铵溶于200 mL水中,加入0.1 g 酒石酸锑钾和42 mL 浓硫酸,冷却后用水稀释至500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,保存期15天。

4.4.2.3 磷酸盐标准溶液:1 mL 含有0.02 mg PO_4^{3-} 。

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。

4.4.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

分光光度计;带有厚度为1 cm的吸收池。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 校准曲线的绘制

在六个50 mL容量瓶中,分别加入0 mL(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,以试剂空白调零测其吸光度。以磷酸根含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.4.4.2 测定

将试液A稀释10倍后取5.00 mL于50 mL容量瓶中。加水至约25 mL,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,以试剂空白调零测定吸光度。

4.4.5 分析结果的表述

磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量分数 W_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$W_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/5000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

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质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.4.6 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%。

4.5 氟化物含量的测定

4.5.1 方法提要

以双液型饱和甘汞电极为参比电极,以银电极为指示电极,用硝酸银标准滴定溶液滴定至出现电位

突跃点。即可根据工作电池电动势的变化,确定滴定终点。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 氢氧化钠溶液:40 g/L。

4.5.2.2 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约0.1 mol/L。

4.5.2.3 酚酞指示剂:1 g/L乙醇溶液。

4.5.3 仪器和设备

一般实验室仪器和

4.5.3.1 电位滴定仪。

4.5.3.2 双液型饱和甘汞电极。

4.5.3.3 银电极。

4.5.4 分析步骤

移取约5 g试样,精确至0.2 mg。置于250 mL烧杯中,加水100 mL。加入2滴酚酞指示剂,用氢氧化钠溶液调至溶液由无色刚好变为红色,放入搅拌子。将盛有试样的烧杯置于电磁搅拌器上,搅拌,将电极插入烧杯中,用硝酸银标准滴定溶液滴定至终点电位(在电位突跃点附近,应放慢滴定速度)。同时做空白试验。

4.5.5 分析结果的表述

氯化物(以 Cl^- 计)含量以质量分数 W_s 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$W_s = \frac{(V - V_0)cM}{1000m} \times 100 \quad (5)$$

式中:

V ——试样消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氯摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

4.5.6 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0.2%。

4.6 pH值的测定

4.6.1 仪器、设备

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。

4.6.2 分析步骤

称取 (1.00 ± 0.01) g试样,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。

4.7 密度的测定

4.7.1 仪器、设备

4.7.1.1 密度计:分度值为0.001 g/cm³。

4.7.1.2 恒温水浴:温度控制在 (20 ± 0.1) °C。

4.7.1.3 玻璃量筒:250 mL或500 mL。

4.7.1.4 温度计:0 °C~50 °C,分度值0.1 °C。

4.7.2 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

在液面外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(标有读弯月面上缘刻度的密度计除外),即为 20℃ 试样的密度。

4.8 铁含量的测定

4.8.1 方法提要

用盐酸羟胺将试样中的三价铁离子还原成二价铁离子,在 pH 2~9 时,二价铁离子可与邻菲罗啉生成橙红色络合物,在最大吸收波长(510 nm)处,用分光光度计测其吸光度。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 硫酸溶液:1+35。

4.8.2.2 氨水溶液:1+3。

4.8.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH=4.5。

4.8.2.4 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

溶解 10 g 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)于水中并稀释至 100 mL。

4.8.2.5 邻菲罗啉溶液:5 g/L。

溶解 0.5 g 盐酸邻菲罗啉(一水合物)($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{ClN}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)于水中并稀释至 100 mL。

或将 0.42 g 邻菲罗啉(一水合物)($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶于含有 2 滴盐酸的 100 mL 水中。

此溶液储存在暗处,可稳定放置一周。

4.8.2.6 铁标准贮备溶液:1 mL 含有 0.1 mg Fe。

4.8.2.7 铁标准溶液:1 mL 含有 0.01 mg Fe。

移取 10 mL 铁标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,此溶液现用现配。

4.8.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

分光光度计:带有光程为 3 cm 的吸收池。

4.8.4 校准曲线的绘制

分别取 0 mL(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液于六个 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,加 0.50 mL 硫酸溶液调 pH 接近 2,加 2.0 mL 盐酸羟胺溶液,5.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,5.0 mL 邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,在分光光度计 510 nm 处,用 3 cm 吸收池,以试剂空白调零测其吸光度。以测得的吸光度为纵坐标,相对应的铁含量(mg)为横坐标绘制校准曲线。

4.8.5 分析步骤

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.2 mg。置于 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,用硫酸溶液或氨水溶液调 pH 接近 2,加 2.0 mL 盐酸羟胺溶液,摇匀。加 5.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,5.0 mL 邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,在分光光度计 510 nm 处,用 3 cm 吸收池,以试剂空白调零测其吸光度。

4.8.6 分析结果的表述

铁(Fe)含量以 W_{Fe} 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(6)计算:

$$W_{\text{Fe}} = \frac{m_1 \times 10^3}{m} \quad (6)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查出的试样中铁质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.8.7 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 $\mu\text{g/g}$ 。

5 检验规则

- 5.1 本标准表 1 规定的所有项目为出厂检验项目。
- 5.2 每批产品不超过 40 t。
- 5.3 水处理剂 氨基三亚甲基膦酸应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期和本标准编号。
- 5.4 按 GB/T 6678 第 7.6 条的规定确定采样单元数。
- 5.5 采样时先充分搅匀,用玻璃管或聚乙烯塑料管插入桶深的 2/3 处采样,总量不少于 1000 mL,充分混匀,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封,瓶上贴标签,注明:生产厂家、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。
- 5.6 按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。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,整批产品为不合格。
- 5.7 当供需双方因产品质量发生异议时,可按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

- 6.1 水处理剂 氨基三亚甲基膦酸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、商标、批号或生产日期、净含量、本标准编号、厂址及 GB/T 191 规定的标志 3“向上”。
- 6.2 每批出厂的水处理剂 氨基三亚甲基膦酸都应附有质量合格证。
- 6.3 水处理剂 氨基三亚甲基膦酸采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净质量 25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净质量 200 kg。
- 6.4 运输时要严防暴晒,贮存在通风干燥的库房里。
- 6.5 水处理剂 氨基三亚甲基膦酸的贮存期为十二个月。
-