

中华人民共和国专业标准

ZB G 71004-89

水处理剂 乙二胺四甲叉膦酸钠(EDTMPS)

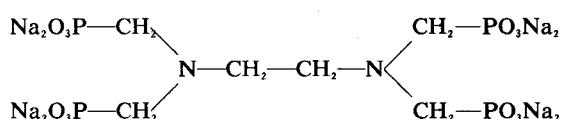
1 主题内容与适用范围

本标准规定了乙二胺四甲叉膦酸钠(EDTMPS)产品的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以乙二胺、甲醛、三氯化磷制得的乙二胺四甲叉膦酸钠。该产品主要用于水处理中的阻垢、缓蚀剂使用。

分子式: C₆H₁₂O₁₂N₂P₄Na₈

结构式：



分子量: 612.0(按1985年国际原子量)

2 引用标准

- GB 191 包装储运指示标志
 - GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
 - GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
 - GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

3 技术要求

3.1 外观:黄棕色透明液体。

3.2 乙二胺四甲叉膦酸钠应符合下表的要求：

指 标 名 称	指 标			%
	优等品	一等品	合格品	
活性组分(以乙二胺四甲叉膦酸钠计)含量	28~30	28~30	28~30	
有机膦(以 P 计)含量	≥ 4.5	4.0	3.3	
亚磷酸(以 PO_3 计)含量	≤ 1.0	2.0	5.0	
磷酸(以 PO_4 计)含量	≤ 0.5	1.0	2.0	
氯化物(以 Cl^- 计)含量	≤ 2.0	4.0	6.0	
乙二胺含量	≤ 0.012	0.050	0.080	

中华人民共和国化学工业部1989-03-09批准

1989-12-01实施

续表

指 标 名 称	指 标		
	优等品	一等品	合格品
pH(1%水溶液)	9.5~10.5	9.5~10.5	9.5~10.5
密度,g/mL	1.3~1.4	1.3~1.4	1.3~1.4

4 试验方法

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

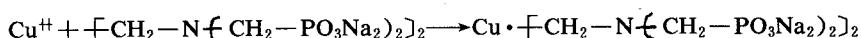
试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他规定时，均按 GB 601、GB 602、GB 603之规定制备。

4.1 乙二胺四甲叉膦酸钠中活性组分的测定——容量法

4.1.1 原理

在 pH=10 的缓冲溶液中, 乙二胺四甲叉膦酸钠与铜离子生成稳定络合物, 以紫脲酸铵作指示剂, 用硫酸铜标准溶液滴定。

反应式：



4.1.2 试剂和溶液

4.1.2.1 硫酸铜(GB 665)标准溶液: $c(\text{CuSO}_4)$ 约0.02 mol/L;

4.1.2.2 氨-氯化铵缓冲溶液: pH=10。取27 g 氯化铵(GB 658)溶解在197 mL 氨水(GB 631)中, 用水稀释至500 mL;

4.1.2.3 紫脲酸铵(GB 603):取1g紫脲酸铵与100g氯化钠(GB 1266)研细,混匀。

4.1.3 测定步骤

4.1.3.1 试样溶液的制备

称量5.000 g 试样,精确到0.0002 g,置于250 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

4.1.3.2 测定

移取 20.0 mL 试液(4.1.3.1)于 250 mL 锥形瓶中,加 20 mL 水,加 1 mL 缓冲溶液及少量紫脲酸铵,溶液呈红色。用硫酸铜标准溶液滴定至溶液由红色突变为亮绿色或黄色为终点。

4.1.4 结果计算

以质量百分数表示的活性组分(以乙二胺四甲叉膦酸钠计)含量(x_1)按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{c(\text{CuSO}_4) \cdot V \times 0.612\ 0}{m_0 \times \frac{20}{250}} \times 100 = \frac{c(\text{CuSO}_4) \cdot V \times 765.0}{m_0} \quad \dots \dots \dots (1)$$

式中: $c(\text{CuSO}_4)$ —硫酸铜标准溶液的浓度, mol/L;

V ——硫酸铜标准溶液的用量, mL。

m_0 —试样质量, g;

0.6120——与1.00 mL 硫酸铜溶液($c(\text{CuSO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$)相当的乙二胺四甲叉膦酸钠的质量,g。

4.1.5 精密度

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差值不大于0.50%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 1.20% 。

4.2 乙二胺四甲叉膦酸钠中有机膦含量的测定——容量法

4.2.1 原理

采用混合氧化剂硝酸钾与无水碳酸钠加热分解，使有机磷生成正磷酸盐，同时亚磷酸也氧化为正磷酸盐。加入钼酸铵试剂，磷酸盐以磷钼酸铵的形式沉淀，经过滤、洗涤，加标准氢氧化钠溶液溶解，赶氨，加过量硝酸溶液，再用标准氢氧化钠溶液滴定。滴定结果为总磷含量，再减去磷酸盐、亚磷酸盐中的磷含量即为有机磷含量。

反应式：



4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 混合氧化剂：硝酸钾(GB 647)和无水碳酸钠(GB 639)等量研细、混匀；

4.2.2.2 硫酸(GB 625)：1+4溶液；

4.2.2.3 硝酸铵(GB 659)：1+1溶液；

4.2.2.4 钼酸铵(GB 657)；

4.2.2.5 氨水(GB 631)：1+3溶液；

4.2.2.6 硝酸(GB 626)；

4.2.2.7 钼酸铵溶液：

a. 称取100 g 钼酸铵，溶于500 mL 氨水中；

b. 量取400 mL 硝酸，用水稀释至1000 mL；

用时以溶液a+溶液b=1+2体积加以混合；

4.2.2.8 氢氧化钠(GB 629)标准溶液： $c(NaOH)$ 约为0.2 mol/L；

4.2.2.9 硝酸(GB 626)标准溶液： $c(HNO_3)$ 约为0.2 mol/L；

4.2.2.10 酚酞(HGB 3039)：0.1%乙醇溶液；

4.2.2.11 红色石蕊试纸。

4.2.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和

4.2.3.1 电热板：带可调变压器；

4.2.3.2 瓷坩埚：50 mL；

4.2.3.3 高型烧杯：250 mL。

4.2.4 测定步骤

称量0.1 g 试样，精确到0.0002 g，置于预先在底部铺好一层混合氧化剂的瓷坩埚中，再在样品上铺一层混合氧化剂约2~3 g，盖好盖子。放在电热板上低温灰化氧化20 min，再高温氧化20 min后，拿下冷却至室温。

用约20 mL 硫酸溶液使灼烧残渣溶解，移至250 mL 高型烧杯中，并用少量蒸馏水洗涤坩埚数次，洗涤水并入溶液。加100 mL 硝酸铵溶液加热至50℃，加入稍过量的钼酸铵溶液（每0.01 g 磷加30 mL 钼酸铵溶液），搅拌1 min，放置15 min。用滤纸过滤，滤渣用蒸馏水充分洗涤至滤液无酸性（取10 mL 滤液，加1滴氢氧化钠标准溶液和1滴酚酞溶液呈红色为止）。

把滤渣移至原烧杯中，加过量约5 mL 的氢氧化钠标准溶液，搅拌至沉淀溶解。煮沸15 min，直至蒸汽不使红色石蕊试纸变蓝为止。冷却，加入5~6滴酚酞溶液，加入10 mL 硝酸标准溶液(4.2.2.9)，再用氢氧化钠标准溶液进行回滴，加热赶去二氧化碳，继续滴定至终点（红色在2 min 内不褪）。

4.2.5 结果计算

有机磷(以P计)含量分两步进行计算。

以质量百分数表示的总磷(以P计)含量(x_2)按式(2)计算：

$$x_2 = \frac{[c(NaOH) \cdot V_1 + c(NaOH) \cdot V_2 - c(HNO_3) \cdot V_3] \times 0.00112}{m_0} \times 100$$

按照上述测定步骤,除试样溶液用同体积水代替外,利用相同的试剂、溶液、用量进行空白试验。

4.3.4 结果计算

以质量百分数表示的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量(x_4)按式(4)计算:

$$\begin{aligned} x_4 &= \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot (V_0 - V_1) \times 0.03949}{m_0 \times \frac{25}{250}} \times 100 \\ &= \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \cdot (V_0 - V_1) \times 39.49}{m_0} \end{aligned} \quad (4)$$

式中: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ——硫代硫酸钠标准溶液浓度, mol/L;

V_1 ——硫代硫酸钠标准溶液用量, mL;

V_0 ——空白试验所用硫代硫酸钠标准溶液用量, mL;

m_0 ——试样质量, g;

0.03949——与1.00 mL 硫代硫酸钠溶液($c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000 \text{ mol/L}$)相当的亚磷酸根的质量, g。

4.3.5 精密度

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差不大于0.50%;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于0.50%。

4.4 乙二胺四甲叉膦酸钠中磷酸含量的测定——容量法

4.4.1 原理

同4.2.1原理。

4.4.2 试剂和溶液

同4.2.2。

4.4.3 仪器和设备

同4.2.3。

4.4.4 测定步骤

4.4.4.1 试样溶液的制备

按4.1.3.1制备试样溶液。

4.4.4.2 测定

移取25.0 mL 试液(4.4.4.1)于高型烧杯中,加入100 mL 硝酸铵溶液,加热至50℃。加入稍过量的钼酸铵溶液(每0.01 g 磷加30 mL 钼酸铵溶液)。搅拌1 min,放置15 min。用滤纸过滤,滤渣用蒸馏水充分洗涤至滤液无酸性(取10 mL 滤液,加1滴氢氧化钠标准溶液和1滴酚酞溶液呈红色为止)。

把滤渣移至原烧杯中,加过量约5 mL 氢氧化钠标准溶液,搅拌至沉淀溶解。煮沸15 min,直至蒸汽不使红色石蕊试纸变蓝为止。冷却,加入5~6滴酚酞溶液,加入10 mL 硝酸标准溶液(4.2.2.9),再用氢氧化钠标准溶液进行回滴,加热赶二氧化碳,继续滴定至终点(红色在2 min 内不褪)。

4.4.5 结果计算

4.4.5.1 以质量百分数表示的磷酸根(以 PO_4^{3-} 计)含量(x_5)按式(5)计算:

$$\begin{aligned} x_5 &= \frac{[c(\text{NaOH}) \cdot V_1 + c(\text{NaOH}) \cdot V_2 - c(\text{HNO}_3) \cdot V_3] \times 0.00343}{m_0 \times \frac{25}{250}} \times 100 \\ &= \frac{[c(\text{NaOH}) \cdot (V_1 + V_2) - c(\text{HNO}_3) \cdot V_3] \times 3.43}{m_0} \end{aligned} \quad (5)$$

式中: $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准溶液浓度, mol/L;

$c(\text{HNO}_3)$ ——硝酸标准溶液浓度, mol/L;

V_1 ——溶解沉淀所用氢氧化钠标准溶液用量, mL;

t—测定时的温度, °C:

20—密度计的标准温度, °C。

2.9.4.2 当温 t (℃)下试样的密度换算为20℃时的密度(x_{10})按式(10)计算:

式中: k ——试样密度的温度校正系数,可根据试样的实测求得。

5 检验规则

5.1 乙二胺四甲叉膦酸钠应由生产厂的技术检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。每一批出厂的产品都附有一定格式的质量证明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、等级、批号、生产日期、出厂日期、产品净重、产品质量和本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定,对所收到的 EDTMPS 质量进行检验,核验其指标是否符合本标准的要求。

5.3 乙二胺四甲叉膦酸钠按批检验。每批的量，不超过2t。

5.4 采样方法:

5.4.1 每批乙二胺四甲叉膦酸钠桶数大于50桶时,从每批总桶数中随机抽取5%进行检验;小于50桶时,随机抽取3桶进行检验。

5.4.2 用玻璃或塑料管插入桶中深度六分之五处取出试样,每桶取出的试样不得少于200 g,每批总试样量不得少于1 kg,将取出的试样迅速混匀。从混合的试样中取出不少于200 g的试样,分别装于两个清洁、干燥、密封的瓶中,瓶口用胶带纸封住,并贴标签,标签上应注明生产厂名称、产品名称、等级、批号和采样日期。一份作检验用,另一份作为保留样品,供查验,保留期为一年。

5.5 如检验结果中有一项不符合本标准要求时,应从加倍数的桶中重新抽取试样,再次检验。检验结果有一项指标不符合本标准要求时,则整批乙二胺四甲叉膦酸钠不能验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议需仲裁时,应按照本标准规定的检验方法进行仲裁分析。

6 包装、标志、贮存与运输

6.1 乙二胺四甲叉膦酸钠装入塑料桶或内衬塑料的铁桶,远途运输时,如需要外包装,由供需双方另行协商。

6.2 每个桶上应附有质量证明书,其内容包括:产品名称、生产厂名称、类别、等级、批号、净重、生产日期及本标准编号。

6.3 外包装应涂刷符合 GB 191之规定的怕热、向上标志。

6.4 运输过程中应按放置方向小心轻放，严禁撞击，以免泄漏。

6.5 贮存时应放于阴凉通风处,不得曝晒和接近火源。

6.6 贮存期十个月。

附加说明：

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由华东化工学院负责起草。

本标准主要起草人徐丽英、徐寿昌。