

ICS 71.100.40
G 77
备案号:37854—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4328—2012

水处理剂 氨基三亚甲基膦酸钠盐

Water treatment chemical—Sodium salt of
aminotrimethylene phosphonic acid

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准由河南清水源科技股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、山东省泰和水处理有限公司、中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、天津正达科技有限责任公司负责起草。

本标准主要起草人：李翠娥、白莹、李淑宝、秦会敏、朱传俊。

水处理剂 氨基三亚甲基磷酸钠盐

警告:本标准使用的强酸具有腐蚀性,使用时应避免吸入或接触皮肤。溅到身上应立即用大量水冲洗,严重时应立即就医。

1 范围

本标准规定了水处理剂氨基三亚甲基磷酸钠盐产品的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于水处理剂氨基三亚甲基磷酸钠盐。该产品主要用作循环冷却水系统、油田回注水系统、反渗透膜装置的阻垢剂等。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 22592—2008 水处理剂 pH值测定方法通则(neq ISO 10523 : 1994)

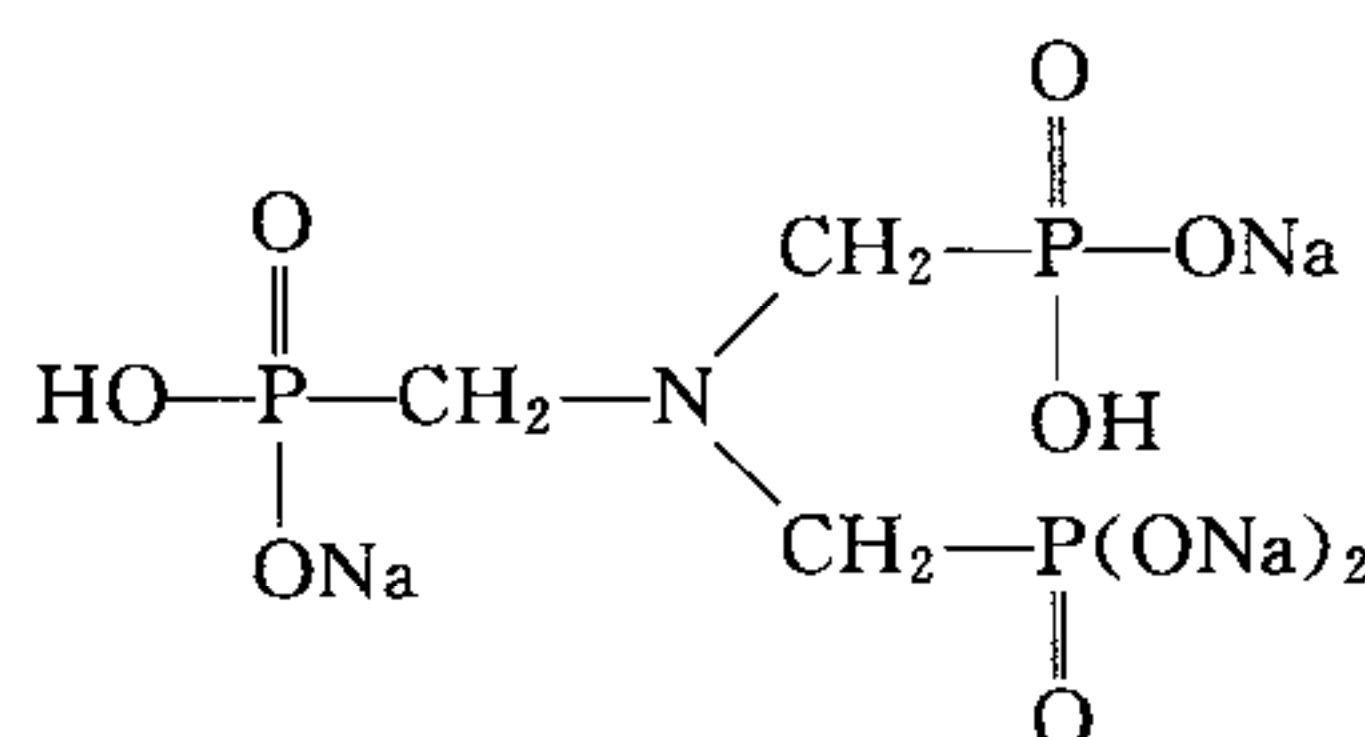
GB/T 22594—2008 水处理剂 密度测定方法通则

3 分子式、结构式

3.1 氨基三亚甲基磷酸四钠

分子式: $C_3H_8NO_9P_3Na_4$

结构式:

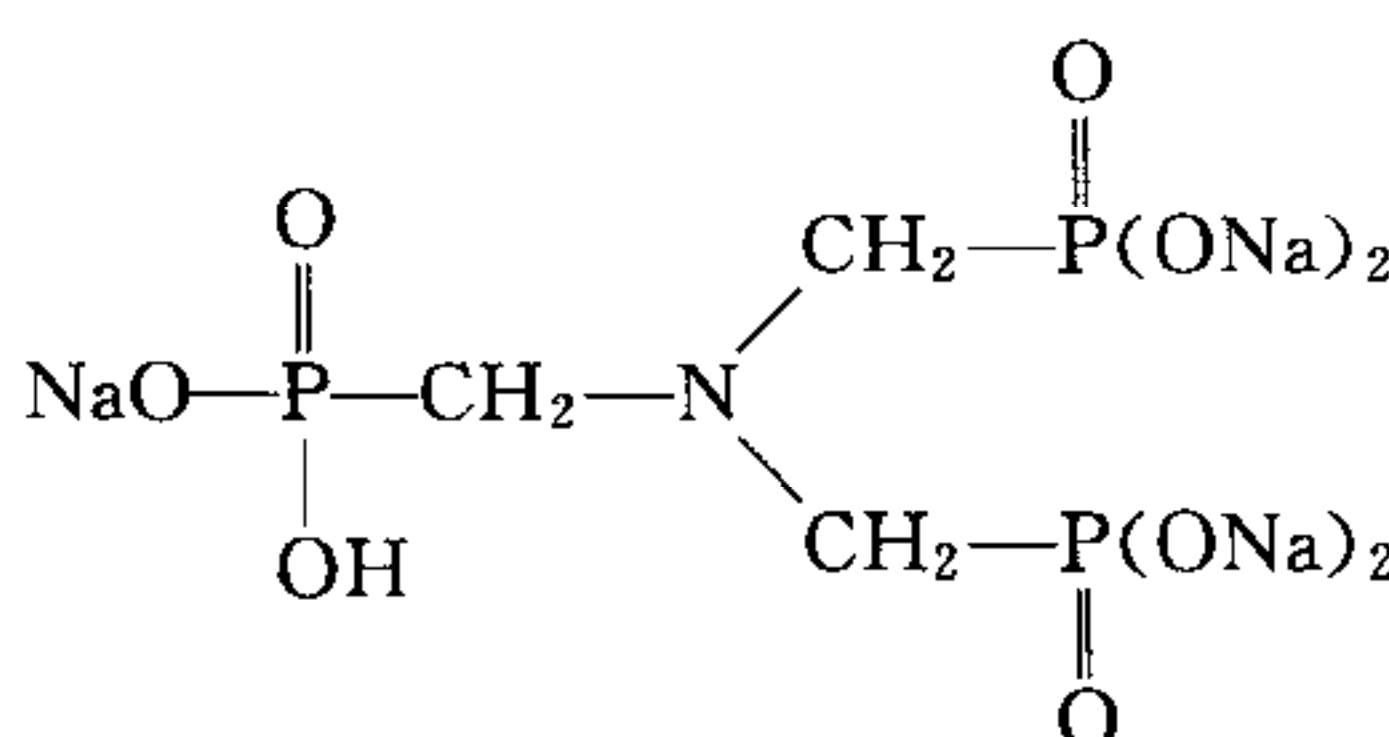


相对分子质量:386.97(按2010年国际相对原子质量)

3.2 氨基三亚甲基磷酸五钠

分子式: $C_3H_7NO_9P_3Na_5$

结构式:



相对分子质量:408.96(按 2010 年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:无色至微黄色透明液体。

4.2 水处理剂氨基三亚甲基磷酸钠盐按相应的试验方法应符合表 1 的要求。

表 1

项 目	指 标		试验方法
	ATMP · Na ₄	ATMP · Na ₅	
活性组分(以 ATMP 计)的质量分数/%	≥ 30.0	28.0	5.2
活性组分(以 ATMP · Na _x 计)的质量分数/%	≥ 38.8	38.3	5.2
氯化物(以 Cl ⁻ 计)的质量分数/%	≤ 1.0	1.0	5.3
pH 值(10 g/L 水溶液)	6.0~8.0	10.0~11.0	5.4
密度(20 °C)/(g/cm ³)	≥ 1.350~1.450	1.380~1.480	5.5
铁(以 Fe 计)的质量分数/(μg/g)	≤ 10.0	10.0	5.6

5 试验方法

5.1 通则

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 三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液,在没有特殊注明时,均按 GB/T 601、GB/T 602 之规定制备。

5.2 活性组分含量的测定

5.2.1 方法提要

将氨基三亚甲基磷酸钠盐中加入盐酸,使其转化成氨基三亚甲基磷酸。氨基三亚甲基磷酸中电离出的氢离子与碱中的氢氧根离子反应,在滴定过程中产生两个突跃点,根据两个突跃点所消耗的标准滴定溶液体积计算活性组分含量。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.2.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液:c(NaOH)约 1.0 mol/L。

5.2.3 仪器、设备

5.2.3.1 电位滴定仪:配有 pH 复合电极。

5.2.3.2 电磁搅拌器。

5.2.4 分析步骤

称取约 1.5 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 150 mL 烧杯中。加入约 80 mL 水,置于电磁搅拌器上,搅匀。将电极插入烧杯中,用盐酸溶液调节试液 pH 值至 2.30±0.02(此时电位应大于 260 mV),用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,记录两个电位突跃点滴定的体积数 V₁、V₂。

5.2.5 结果计算

5.2.5.1 活性组分(以 ATMP 计)含量以质量分数 w₁ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_2 - V_1)cM/3}{1000m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V₁——滴定至第一个突跃点时消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定至第二个突跃点时消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氨基三亚甲基磷酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=299.05$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.2.5.2 活性组分(以 $\text{ATMP} \cdot \text{Na}_4$ 计)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = w_1 \times M_1 / M \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_1 ——5.2.5.1 测得的活性组分(以 ATMP 计)含量,以%表示;

M ——氨基三亚甲基磷酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=299.05$);

M_1 ——氨基三亚甲基磷酸四钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=386.97$)。

5.2.5.3 活性组分(以 $\text{ATMP} \cdot \text{Na}_5$ 计)含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = w_1 \times M_2 / M \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_1 ——5.2.5.1 测得的活性组分(以 ATMP 计)含量,以%表示;

M ——氨基三亚甲基磷酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=299.05$);

M_2 ——氨基三亚甲基磷酸五钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=408.96$)。

5.2.6 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 0.2%。

5.3 氯化物含量的测定

5.3.1 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。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 硝酸溶液:1+1。

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

5.3.3 仪器、设备

5.3.3.1 电位滴定仪。

5.3.3.2 电磁搅拌器。

5.3.3.3 银电极。

5.3.3.4 双液型饱和甘汞电极。

5.3.4 分析步骤

称取约 4.0 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 150 mL 烧杯中,加约 80 mL 水,置于电磁搅拌器上,搅拌。加入 4 mL 硝酸溶液,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。

5.3.5 结果计算

氯化物含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(V - V_0)cM}{1000m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

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实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

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

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.3.6 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0.1%。

5.4 pH值的测定

按照 GB/T 22592 进行测定。

5.5 密度的测定

按照 GB/T 22594—2008 中 3.3.1 进行测定。

5.6 铁含量的测定

5.6.1 方法提要

用盐酸羟胺将试样中三价铁离子还原成二价铁离子,在一定的 pH 值条件下,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,用分光光度计测定其吸光度。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.6.2.2 氨水溶液:1+1。

5.6.2.3 盐酸羟胺溶液:200 g/L。

5.6.2.4 邻菲罗啉溶液:15 g/L。称取 5.0 g 邻菲罗啉($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$),溶于 250 mL 95%(体积分数)乙醇中,再加入 80 mL 水,摇匀。

5.6.2.5 铁标准贮备溶液:0.1 mg/mL。称取 0.1000 g 高纯铁,精确到 0.2 mg,置于 150 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸,缓慢加热直到完全溶解,冷却,全部转移到 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。或按照 GB/T 602 制备。

5.6.2.6 铁标准溶液:0.01 mg/mL。移取 10.00 mL 铁标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.6.3 仪器、设备

5.6.3.1 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。

5.6.3.2 分光光度计:带有厚度为 3 cm 的吸收池。

5.6.4 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL(试剂空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铁标准溶液置于 6 个 100 mL 烧杯中,各加水至约为 40 mL,用盐酸溶液将溶液的 pH 值调至 1.5~2.0。分别加入 2 mL 盐酸羟胺溶液,混匀。再依次加入 2 mL 邻菲罗啉溶液,混匀后,使用酸度计用氨水溶液将溶液 pH 值调至 5.2~5.8。在可调电炉上将溶液煮沸 10 min~15 min,取下冷却至室温,分别转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

使用分光光度计,用 3 cm 吸收池,在 510 nm 波长处,以试剂空白为参比测定其吸光度。

以铁含量(μg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线并计算出回归方程。

5.6.5 测定

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯,用水稀释至约 40 mL 处。用盐酸溶液将其 pH 值调至 1.5~2.0,以下按 5.6.4 中“分别加入 2 mL 盐酸羟胺……以试剂空白为参比测定其吸光度”操作。

5.6.6 结果计算

铁含量(以 Fe 计)以质量分数 w_5 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——按回归方程计算出的铁含量的数值,单位为微克(μg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.6.7 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 $0.5 \mu\text{g/g}$ 。

6 检验规则

6.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目。

6.2 验收时间从货到之日起 15 d 内进行。

6.3 每批产品应不超过 20 t。

6.4 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。

6.5 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,分装入两个清洁、干燥的聚乙烯塑料瓶中,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。

6.6 按 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定。

6.7 检验结果中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核验。核验结果有一项不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 水处理剂氨基三亚甲基膦酸钠盐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、净质量、厂址及 GB/T 191 规定的“向上”标志。

7.2 每批出厂的氨基三亚甲基膦酸钠盐都应附有产品质量检验报告及质量合格证。

7.3 水处理剂氨基三亚甲基膦酸钠盐采用聚乙烯塑料桶或内衬聚乙烯塑料胆的铁桶包装,长途运输时如需外包装,由供需双方另行协商。

7.4 运输时防止曝晒,贮存在通风干燥的库房内。

7.5 水处理剂氨基三亚甲基膦酸钠盐的贮存期为一年。
