

ICS 71. 100. 40
G 77
备案号:37856—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4330—2012

水处理剂 二亚乙基三胺五亚甲基膦酸钠盐

Water treatment chemical—Sodium salt of diethylene triamine penta
(methylene 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。

本标准起草单位：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。

本标准主要起草人：杨海星、李琳、孙群峰、秦会敏、邵宏谦。

水处理剂 二亚乙基三胺五亚甲基磷酸钠盐

警告:本标准使用的强酸、强碱具有腐蚀性,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 二亚乙基三胺五亚甲基磷酸钠盐产品的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全要求。

本标准适用于水处理剂 二亚乙基三胺五亚甲基磷酸钠盐。该产品主要用作工业水处理中的阻垢缓蚀剂,也可用于过氧化物稳定剂、重金属萃取剂及电镀行业金属离子均布剂等。

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 190 危险货物包装标志

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)

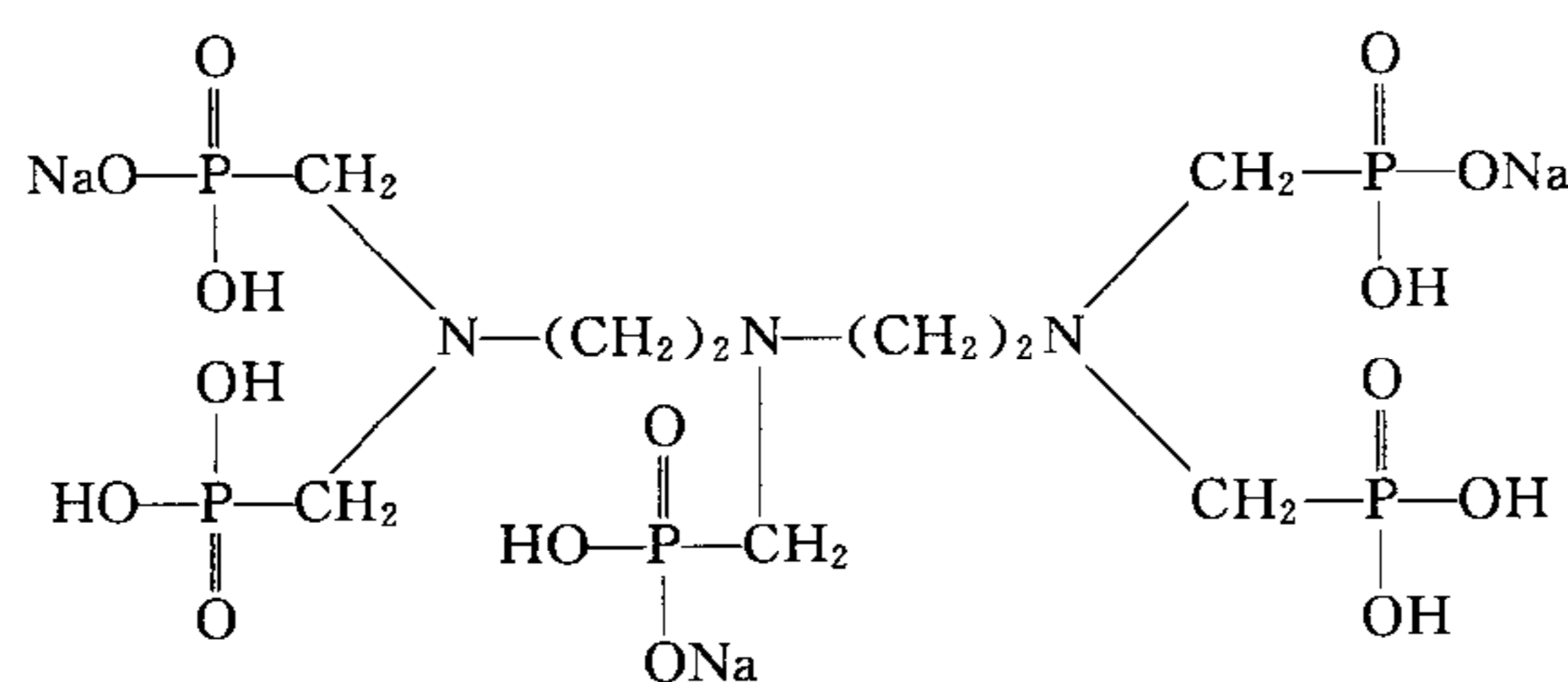
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 分子式及结构式

3.1 二亚乙基三胺五亚甲基磷酸三钠

分子式: $C_9H_{25}O_{15}N_3P_5Na_3$

结构式:

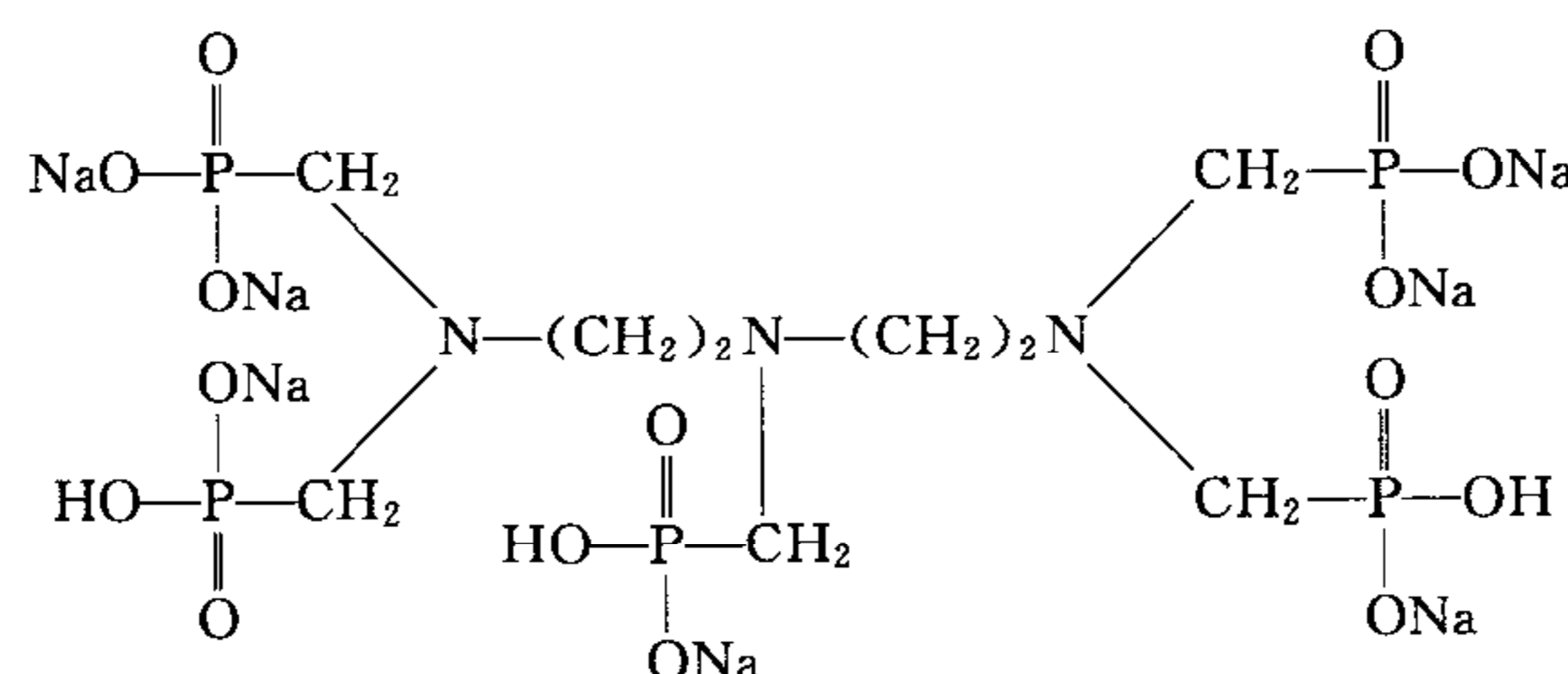


相对分子质量: 639.14

3.2 二亚乙基三胺五亚甲基磷酸七钠

分子式: $C_9H_{21}O_{15}N_3P_5Na_7$

结构式:



相对分子质量:727.07

4 技术要求

4.1 外观:红棕色液体。

4.2 水处理剂二亚乙基三胺五亚甲基膦酸钠盐按相应的试验方法测定应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标		试验方法
	DTPMP · Na ₃	DTPMP · Na ₇	
活性组分(以 DTPMPA 计)的质量分数/%	45.0~49.0	31.5~33.5	5.2
活性组分(以 DTPMP · Na _x 计)的质量分数/%	50.2~54.6	40.0~42.5	5.2
氯化物(以 Cl ⁻ 计)的质量分数/% ≤	5.0	5.0	5.3
铁(以 Fe 计)的质量分数/(μg/g) ≤	20	20	5.4
pH 值(10 g/L 水溶液)	2.0~3.0	7.0~9.0	5.5
密度(20 °C)/(g/cm ³) ≥	1.350	1.250	5.6

5 试验方法

5.1 通则

本标准所用试剂,除非另有规定,应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液,在没有注明其他要求时,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

盐酸与二亚乙基三胺五亚甲基膦酸钠盐反应,生成二亚乙基三胺五亚甲基膦酸,二亚乙基三胺五亚甲基膦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,然后根据两个突跃点所消耗的标准滴定溶液体积来计算活性组分含量。

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

自动电位滴定仪。

5.2.4 测定步骤

称取约 1.5 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 150 mL 烧杯中,加约 80 mL 水,放置于自动电位滴定仪上,搅匀。将电位滴定仪的指示电极和滴定管插入烧杯中,用盐酸溶液调节 pH 值至 2.3 左右,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,当滴定进行到通过两个完整的突跃点时停止滴定。

5.2.5 结果计算

5.2.5.1 活性组分(以 DTPMPA 计)含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_2 - V_1)cM/5}{1\ 000\ m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——第一个突跃点消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——第二个突跃点消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,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 ——二亚乙基三胺五亚甲基膦酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=573.20$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.2.5.2 活性组分(以 DTPMP·Na_x 计)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{w_1 \times M_2}{M_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_1 ——活性组分(以 DTPMPA 计)含量,以%表示;

M_1 ——二亚乙基三胺五亚甲基膦酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=573.20$);

M_2 ——二亚乙基三胺五亚甲基膦酸钠盐摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[M_2 (DTPMP·Na₃)=639.14; M_2 (DTPMP·Na₇)=727.07]。

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 双液型饱和甘汞电极。

5.3.3.3 银电极。

5.3.4 分析步骤

称取约 1.0 g~1.5 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 150 mL 烧杯中,加约 80 mL 水。将盛有试样的烧杯置于电磁搅拌器上,搅拌。加硝酸溶液 4 mL,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(以 Cl⁻ 计)含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V-V_0)cM}{1\ 000\ m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

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的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。平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

5.4 铁含量的测定

5.4.1 方法提要

用盐酸羟胺将三价铁还原成二价铁,在一定的 pH 值条件下,二价铁离子与邻菲罗啉反应生成铁菲

啰啉络合物,颜色的强度与铁菲啰啉络合物存在的量成正比。在最大吸收波长(510 nm)处用分光光度计测定其吸光度。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.4.2.2 氨水溶液:1+1。

5.4.2.3 盐酸羟胺溶液:200 g/L。

5.4.2.4 邻菲啰啉溶液:15 g/L。

5.4.2.5 铁标准贮备溶液:1 mL 含有 0.1 mg Fe。

5.4.2.6 铁标准溶液: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 1 mL 含有 10 μg Fe。此溶液现用现配。

5.4.3 仪器和设备

5.4.3.1 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。

5.4.3.2 分光光度计:带有厚度为 3 cm 的吸收池。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 校准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL (试剂空白)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液于 7 个 100 mL 烧杯中,各加 40 mL 水,用盐酸溶液将溶液 pH 值调至 1.5~2.0。分别加入 2 mL 盐酸羟胺溶液,混匀。然后加入 2 mL 邻菲啰啉溶液,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加热煮沸 10 min~15 min,取下冷却至室温,将冷却后的溶液转移到 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。

5.4.4.2 测定

称取约 4.0 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,用水稀释至约 40 mL。用盐酸溶液或氨水溶液将溶液 pH 值调至 1.5~2.0,以下按 5.4.4.1“分别加入 2 mL 盐酸羟胺溶液……以试剂空白为参比测定其吸光度”操作。

5.4.5 结果计算

铁含量(以 Fe 计)以质量分数 w_4 计,数值以 μg/g 表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots (4)$$

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 ——试样质量的数值,单位为克(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值不大于 0.5 μg/g。

5.5 pH 值的测定

5.5.1 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。

5.5.2 分析步骤

称取(1.00±0.01) g 试样,置于 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。

5.6 密度的测定

5.6.1 仪器、设备

5.6.1.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm³。

- 5.6.1.2 恒温水浴:温度可控制在 (20 ± 1) ℃。
- 5.6.1.3 玻璃量筒:250 mL。
- 5.6.1.4 温度计: $0\text{℃}\sim 50\text{℃}$,分度值为 0.1℃ 。

5.6.2 分析步骤

将试样注入干燥的量筒内,不得有气泡,将量筒置于 20℃ 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 2cm 以上,不得与筒壁接触。密度计的上端露在液面外的部分所沾液体不得超过 $2\sim 3$ 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。

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 验收时间为货到之日起 15d 内。
- 6.3 每批产品不超过 20t 。
- 6.4 按GB/T 6678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 1000mL 。充分混匀,分装入两个清洁、干燥、带磨口塞的瓶中,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中修约值比较法进行判定。
- 6.7 检验结果中如果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、运输和贮存

- 7.1 水处理剂二亚乙基三胺五亚甲基磷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、净重、厂址及GB/T 191规定的“向上”标志。 pH 值小于 2 的产品包装桶上应涂刷按GB 190规定的“腐蚀性物质”标志。
- 7.2 每批出厂的水处理剂二亚乙基三胺五亚甲基磷酸钠盐都应附有产品质量检验报告及质量合格证。
- 7.3 水处理剂二亚乙基三胺五亚甲基磷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里。
- 7.5 水处理剂二亚乙基三胺五亚甲基磷酸钠盐的贮存期为 10 个月。

8 安全要求

水处理剂二亚乙基三胺五亚甲基磷酸三钠盐是酸性物质,水处理剂二亚乙基三胺五亚甲基磷酸七钠盐为弱碱性物质,对皮肤和眼睛有腐蚀作用。操作人员在工作操作时应戴耐酸碱手套、护眼镜、口罩,避免与皮肤直接接触。