

HG/T

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2841—XXXX

代替 HG/T 2841—2005

## 水处理剂 氨基三亚甲基膦酸

Water treatment chemicals-Amino trimethylene phosphonic acid

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替HG/T 2841-2005《水处理剂 氨基三亚甲基膦酸》。与HG/T 2841-2005相比，除结构调整和编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加全文警告；
- 增加了钙螯合值的指标和测定方法；
- 增加了总无机磷含量的指标和测定方法；
- 删除了磷酸和亚磷酸的指标和测定方法；
- 更改了氯化物含量指标；
- 更改了铁含量和氯化物含量的测定方法。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位。

本文件主要起草人：。

# 水处理剂 氨基三亚甲基膦酸

**警告：**水处理剂 氨基三亚甲基膦酸属于 GB 6944—2012 规定的第 8 类腐蚀性物质，本文件所使用的强酸、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

本文件规定了水处理剂 氨基三亚甲基膦酸（ATMP）的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于氨基三亚甲基膦酸产品的检测。该产品主要用作工业水处理中的阻垢剂、缓蚀剂。。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 包装贮运图示标志
- 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
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 6678—2003 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
- GB 6944—2012 危险货物分类和品名编号

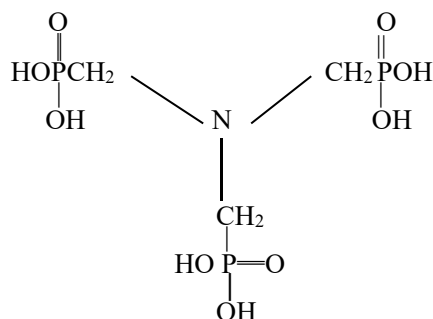
## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 分子式和结构式

分子式： $\text{N}(\text{CH}_2\text{PO}_3\text{H}_2)_3$

结构式：



分子量：299.0（按2018年国际相对原子质量）

## 5 要求

- 5.1 外观：无色或微黄色透明液体。
- 5.2 水处理剂 氨基三亚甲基膦酸应符合表 1 要求。

表 1

项目		指标
活性组分(以 ATMP 计)含量, %	$\geq$	50.0
氨基三亚甲基膦酸含量, %	$\geq$	40.0
钙螯合值(以 $\text{CaCO}_3$ 计), mg/g	$\geq$	400
总无机磷酸(以 $\text{PO}_4^{3-}$ 计)含量, %	$\leq$	3.5
氯化物(以 $\text{Cl}^-$ 计)含量, %	$\leq$	1.0
铁(以 $\text{Fe}^{2+}$ 计)含量, $\mu\text{g/g}$	$\leq$	20
pH 值(10 g/L 水溶液)	$\leq$	2.0
密度(20℃), $\text{g/cm}^3$	$\geq$	1.30

## 6 试验方法

本文件所用试剂, 除非另有规定, 应使用分析纯及以上试剂和符合 GB/T 6682—2008 三级水的规定。试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品, 在没有特殊注明时, 均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

### 6.1 外观的检验

在自然光下, 于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

### 6.2 活性组分含量的测定

#### 6.2.1 方法提要

在  $\text{pH} \approx 8.5$  的介质中, 有机膦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。

#### 6.2.2 试剂和材料

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

6.2.2.2 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  $80^\circ\text{C}$ , 降至室温时应有硼砂晶体析出。

6.2.2.3 紫脲酸铵指示剂。

#### 6.2.3 分析步骤

##### 6.2.3.1 试液的制备

称取约 5g 试样, 精确至 0.2mg。全部转移到 500mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此为试液 A。

##### 6.2.3.2 测定

用移液管移取 25mL 试液 A, 置于 200mL 烧杯中。加水至约 100mL, 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, 加少许紫脲酸铵指示剂(约 0.03g), 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。

#### 6.2.4 结果计算

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

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m V_1/V_2} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

$V$ ——滴定中消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值, 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）；  
 $M$ ——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）（ $M=299.0$ ）；  
 $m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；  
 $V_1$ ——移取试液A的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=25$ ）；  
 $V_2$ ——试液A的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_2=500$ ）。

### 6.2.5 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%。

## 6.3 氨基三亚甲基磷酸含量的测定

### 6.3.1 方法提要

在pH=10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。

### 6.3.2 试剂和材料

- 6.3.2.1 氢氧化钠溶液：8g/L。
- 6.3.2.2 氨—氯化铵缓冲溶液（甲）：pH≈10。
- 6.3.2.3 氯化锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnCl}_2)$ 约 0.015mol/L。
- 6.3.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})$ 约 0.01mol/L。
- 6.3.2.5 中性红指示液：1g/L60%乙醇溶液。
- 6.3.2.6 铬黑T指示液：溶解 0.5g 铬黑T于 85mL 三乙醇胺中，加入 15mL 乙醇[95%（V/V）]混匀。

### 6.3.3 分析步骤

移取20.00mL试液A，置于250mL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1mL氨—氯化铵缓冲溶液，加入25.00mL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。

### 6.3.4 分析结果的表述

氨基三亚甲基磷酸含量以质量分数  $w_2$  计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(V_2 c_2 - V_1 c_1) M \times 10^{-3}}{m V_1 / V_2} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

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的浓度的准确数值，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的体积的数值，单位为毫升（mL）；  
 $c_1$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，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）（ $M=299.0$ ）；  
 $m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；  
 $V_1$ ——移取试液A的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=20$ ）；  
 $V_2$ ——试液A的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_2=500$ ）。

### 6.3.5 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%。

## 6.4 钙螯合值的测定

### 6.4.1 方法提要

钙螯合值是指每克试样能够螯合的碳酸钙的质量的数值，在试液中加入碳酸钠，滴加氢氧化钠溶液维持的PH值为11，用钙标准溶液滴定至出现的混浊不消失。

#### 6.4.2 试剂和材料

6.4.2.1 碳酸钠溶液：20g/L

6.4.2.2 氢氧化钠溶液：40g/L

6.4.2.3 氢氧化钾溶液：200g/L

6.4.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液：c(EDTA)约0.05mol/L。

6.4.2.5 钙-羧酸指示剂：将1.0g钙-羧酸与100g氯化钠研磨，混匀。

6.4.2.6 钙标准滴定溶液：1mL约含10.0mg Ca。

a) 配制：称取24.7g无水乙酸钙，用水溶解，稀释到1000mL；

b) 标定：移取5.00mL钙标准溶液，置于250mL锥形瓶中，加30mL水，5mL氢氧化钾溶液，约0.1g钙-羧酸指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定，溶液由紫红色变为亮蓝色即为终点。

c) 计算：

钙标准溶液以质量浓度 $\rho$ 计，数值以mg/mL表示，按式(3)计算

$$\rho = \frac{VcM}{V_1} \times 100 \quad (1)$$

式中：

$V$ —滴定中消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

$c$ —乙二胺四乙酸二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)；

$M$ —钙的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)( $M=40.08$ )；

$V_1$ ——移取钙标准溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)( $V_1=5$ )。

#### 6.4.3 仪器、设备

6.4.3.1 酸度计：精度0.02pH单位。配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

6.4.3.2 电磁搅拌器：配有搅拌子。

#### 6.4.4 分析步骤

称取约1.5g试样置于250mL烧杯中，精确至0.2mg。加入100mL水，将烧杯置于电磁搅拌器上，放入搅拌子，开动搅拌，试样混合均匀后加入10mL碳酸钠溶液，将电极插入到溶液液中，滴加氢氧化钠溶液至PH为11，提起电极，加水至150mL，再插入电极。

用钙标准滴定溶液滴定，边滴定边加入氢氧化钠溶液，维持溶液的PH为11，溶液出现的混浊不消失即为终点。

#### 6.4.5 结果计算

钙螯合值(以 $\text{CaCO}_3$ 计)以 $w_3$ 计，数值以mg/g表示，按式(4)计算：

$$w_3 = \frac{Vc M_1/M_2}{m} \quad (1)$$

式中：

$V$ ——滴定中消耗的钙标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

$\rho$ ——钙标准滴定溶液的实际浓度的数值，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

$M_1$ ——碳酸钙的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)( $M_1=100.09$ )；

$M_2$ ——钙的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)( $M_2=40.08$ )；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克(g)。

#### 4.8.6 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5mg/g。

## 6.5 总无机磷酸含量的测定

### 6.5.1 方法提要

氨基三亚甲基膦酸及其杂质（其他有机膦酸以及磷酸和亚磷酸等无机磷酸）电离出的氢离子与氢氧根离子反应，在反应过程中产生两个突跃点，用自动记录仪绘制滴定曲线，然后根据滴定曲线来计算总磷酸含量。再减去活性组分对应的有机膦含磷，即得总无机磷酸含量。

### 6.5.2 试剂和材料

氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})$ 约 1.0mol/L。

### 6.5.3 仪器和设备

自动电位测定仪或 pH 计带记录仪。

### 6.5.4 分析步骤

称取约 1.0 g 试样，精确至 0.2mg，置于 250mL 烧杯中，加水 80mL。将盛有试样的烧杯置于电磁搅拌器上，搅匀，将电极插入烧杯中，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，同时记录仪绘制滴定曲线，pH 在出现第一个突跃点时，放慢滴定速度，并开始记录滴定曲线上各个点，当滴定进行到通过两个完整的突跃点时停止滴定。

### 6.5.5 结果计算

6.5.5.1 总磷酸含量（以  $\text{PO}_4^{3-}$  计）以质量分数  $w_4$  计，数值以 % 表示，按式（5）计算：

$$w_4 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中：

$V$ ——两个突跃点间所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浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M_1$ ——磷酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=95.0$ ）；

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

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

6.5.5.2 无机磷酸含量（以  $\text{PO}_4^{3-}$  计）以质量分数  $w_5$  计，数值以 % 表示，按式（6）计算：

$$w_5 = w_4 - 3w_1 M_1/M \quad \text{..... (2)}$$

式中：

$w_4$ ——6.5.5.1测得的总磷酸含量的数值，数值以 % 表示；

$w_1$ ——6.2.4测得的活性组分含量的数值，数值以 % 表示；

$M_1$ ——磷酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=95.0$ ）；

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

### 6.5.6 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 0.05%。

## 6.6 氯化物含量的测定

### 6.6.1 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。

### 6.6.2 试剂和材料

6.6.2.1 氢氧化钠溶液：40g/L。

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

6.6.2.3 酚酞指示剂：1g/L 乙醇溶液。

### 6.6.3 仪器和设备

电位滴定仪：配有双液型饱和甘汞电极和银电极。

### 6.6.4 分析步骤

移取约5g试样，精确至0.2mg。置于150mL烧杯中，加水至体积约为100mL。将盛有试样的烧杯置于电位滴定仪上，用硝酸银标准滴定溶液滴定至终点电位。同时做空白试验。

### 6.6.5 结果计算

氯化物（以  $\text{Cl}^-$  计）含量以质量分数  $w_5$  计，数值以%表示，按式（7）计算：

$$w_5 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中：

$V$ ——试样消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，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）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

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

### 6.6.6 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%。

## 6.7 铁含量的测定

### 6.7.1 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pH2~9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（510nm）处，用分光光度计测其吸光度。

### 6.7.2 试剂和材料

6.7.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.7.2.2 氨水溶液：1+1。

6.7.2.3 盐酸羟胺溶液：200g/L。

6.7.2.4 邻菲罗啉溶液：15g/L。称取 5.0g 邻菲罗啉（ $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ），溶于 250mL （95%）乙醇中，再加入 80mL 水，摇匀。

6.7.2.5 铁标准贮备溶液：1 mL 含有 0.1 mg Fe。

6.7.2.6 铁标准溶液：1 mL 含有 0.010 mg Fe。准确移取铁标准贮备溶液 50mL 置于 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

### 6.7.3 仪器、设备

分光光度计：带有光程为 3cm 的吸收池。

### 6.7.4 校准曲线的绘制

6.7.4.1 分别移取 0.00mL(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液六个 150mL 烧杯中，各加水 40mL，使用酸度计用盐酸溶液将溶液的 pH 调至 1.5~2.0。

6.7.4.2 分别加入 2mL 盐酸羟胺溶液，混匀，再依次加入 2mL 邻菲罗啉溶液，混匀后，使用酸度计用氨水溶液将溶液 pH 调至 5.2-5.8，在可调电炉上将溶液加热至沸，取下冷却至室温，将冷却后的溶液转移到 100mL 容量瓶中，并用水稀释至刻度，摇匀。



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

6.7.4.4 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。

#### 6.7.5 分析步骤

称取 2.0g 试样，精确至 0.2mg，置于 100mL 烧杯中，用水稀释至约 40mL，使用酸度计用盐酸溶液或氨水溶液将溶液的 pH 调至 1.5~2.0。按 6.7.4.2~6.7.4.3 进行测定。

#### 6.7.6 结果计算

铁（Fe）含量以  $w_6$  计，数值以  $\mu\text{g/g}$  表示，按式（8）计算：

$$w_6 = \frac{m_1 \times 10^3}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——从校准曲线上查出的试样中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

#### 6.7.7 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  $0.5 \mu\text{g/g}$ 。

### 6.8 pH 值的测定

#### 6.8.1 仪器、设备

酸度计：精度 0.02pH 单位。配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

#### 6.8.2 分析步骤

称取  $(1.00 \pm 0.01)$  g 试样，全部转移到 100mL 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。

### 6.9 密度的测定

#### 6.9.1 仪器、设备

6.9.1.1 密度计：分度值为  $0.001\text{g/cm}^3$ 。

6.9.1.2 恒温水浴：温度控制在  $(20 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 。

6.9.1.3 玻璃量筒：250mL 或 500mL。

6.9.1.4 温度计： $(0 \sim 50)^\circ\text{C}$ ，分度值  $0.1^\circ\text{C}$ 。

#### 6.9.2 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  $20^\circ\text{C}$  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  $20^\circ\text{C}$  试样的密度。

## 7 检验规则

7.1 本文件规定的所有项目为出厂检验项目。

7.2 每批产品不超过 40t。

7.3 按 GB/T 6678—2003 中 7.6 条的规定确定采样单元数。

7.4 采样时先充分搅匀，用玻璃管或聚乙烯塑料管插入桶深的三分之二处采样，总量不少于 1000mL，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。

7.5 按 GB/T 8170—2008 规定的修约值比较法进行判定。检验结果如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中采样进行核验，核验结果仍有指标不符合本文件要求时，整批产品为不合格。

7.6 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。

## 8 标志、包装、运输、贮存

8.1 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，注明：生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、本文件编号及 GB 190 规定的腐蚀性物品和 GB/T 191 规定的“向上”标志。

8.2 每批出厂的水处理剂 氨基三亚甲基膦酸应附有质量检验报告及质量合格证。

8.3 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 25Kg；或采用铁塑桶包装，每桶净质量 200Kg。

8.4 运输时要严防曝晒，贮存在通风干燥的库房里。

8.5 水处理剂 氨基三亚甲基膦酸的贮存期为十二个月。

---