

ICS 71.080.30
CCS G 17

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

工业用乙二胺四乙酸

Ethylene diamine tetraacetic acid for industrial use

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

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有机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本文件起草单位：石家庄杰克化工有限公司、佛山市质量计量监督检测中心、广安诚信化工有限责任公司、嘉善绿野环保材料厂、潍坊大耀新材料有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、中石化（北京）化工研究院有限公司。

本文件主要起草人：李红路、张娟、张志永、高吉超、王宗耀、郭凤鑫、王建璞、赵丽青、李霞、马建兵。

工业用乙二胺四乙酸

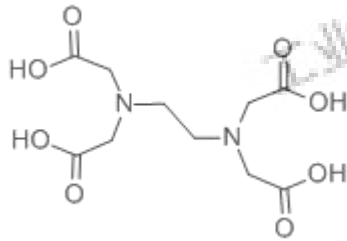
1 范围

本文件规定了工业用乙二胺四乙酸的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于由乙二胺、氰化钠、甲醛为原料，经缩合、酸化等工艺制得的工业用乙二胺四乙酸。

分子式： $C_{10}H_{16}N_2O_8$

结构式：



相对分子质量：292.24（按 2018 年国际相对原子质量）

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/T 191 包装储运图示标志
- 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 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
- GB/T 21884 纺织印染助剂 螯合剂 螯合能力的测定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分型

工业用乙二胺四乙酸按纯度分为I型和II型。

5 要求

5.1 外观：白色结晶粉末。

5.2 工业用乙二胺四乙酸应符合表 1 所示的要求。

表 1 技术指标

项目	指标	
	I 型	II 型
乙二胺四乙酸, w/%	≥99.5	≥99.0
氯化物 (以 Cl 计), w/%	≤0.02	≤0.05
硫酸盐 (以 SO ₄ 计), w/%	≤0.02	≤0.05
铅, w/%	≤0.001	
铁, w/%	≤0.001	
干燥减量, w/%	≤0.2	
螯合值 (以 CaCO ₃ 计) / (mg/g)	≥339	
pH (50g/L, 25℃)	2.8~3.0	

6 试验方法

警示：试验方法规定的一些过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

6.1 一般规定

本文件所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

6.2 外观

取适量试样置于表面皿中, 自然光下目视法判定外观。

6.3 乙二胺四乙酸含量的测定

6.3.1 方法提要

在 pH 约为 10 的条件下将试样溶解, 以铬黑 T 为指示剂, 用氯化锌标准滴定溶液进行滴定, 根据氯化锌标准滴定溶液的消耗量计算乙二胺四乙酸的含量。

6.3.2 试剂和材料

6.3.2.1 氨-氯化铵缓冲溶液甲 (pH≈10)。

6.3.2.2 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.3.2.3 铬黑 T 指示液 (5 g/L)：称取 0.5 g 铬黑 T 和 2 g 盐酸羟胺，用研钵研磨后，用无水乙醇溶解并稀释至 100 mL。临用前制备。

6.3.3 分析步骤

称取约 1 g 试样（精确至 0.0001 g），置于 250 mL 锥形瓶中。加入 70 mL 水，10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲（pH≈10），待试样溶解后，加 5 滴铬黑 T 指示液，用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由蓝色变为红紫色，同时做空白试验。

6.3.4 结果计算

乙二胺四乙酸的质量分数 w_1 ，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times M}{1000 \times m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——试样消耗氯化锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验消耗氯化锌标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——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）；

M ——乙二胺四乙酸的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=292.2$ ）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

取两次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 氯化物（以 Cl 计）含量的测定

6.4.1 方法提要

在硝酸介质中，氯离子与银离子生成乳白色胶状沉淀，当氯离子含量低时形成混浊液，通过目视限量比浊法进行测定。

6.4.2 试剂和材料

6.4.2.1 硝酸溶液（25%）。

6.4.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

6.4.2.3 氯化物（Cl）标准溶液：0.01 mg/mL。量取 10.0 mL 氯化物（Cl）标准溶液（0.1 mg/mL），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.4.3 分析步骤

6.4.3.1 试验溶液 A 的制备

称取 2.00 g±0.01 g 试样，置于 50 mL 烧杯中，加 25 mL 水，置于电热板上加热至微沸，冷却至室温。用中速定性滤纸过滤，用水洗涤至无氯离子（用硝酸银溶液检验）。洗液全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液为试验溶液 A，用于氯化物和硫酸盐含量的测定。

6.4.3.2 测定

量取 10.0 mL 试验溶液 A（见 6.4.3.1），置于 25 mL 比色管中，加 1 mL 硝酸溶液（25%）及 1 mL

硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较，如果溶液所呈浊度不深于标准比浊溶液，则氯化物（以 Cl 计）含量不大于指标要求；否则氯化物（以 Cl 计）含量大于指标要求。

标准比浊溶液制备：量取适量氯化物（Cl）标准溶液（I 型取 4.00 mL，II 型取 10.00 mL），置于 25 mL 比色管中，以下操作与试验溶液同时同样处理。

6.5 硫酸盐（以 SO_4 计）的测定

6.5.1 方法提要

在盐酸介质中加入氯化钡，与试验溶液中的硫酸根离子生成白色沉淀，形成混浊液，采用目视限量比浊法进行测定。

6.5.2 试剂和材料

6.5.2.1 盐酸溶液（20%）。

6.5.2.2 氯化钡溶液：250 g/L。

6.5.2.3 硫酸盐（ SO_4 ）标准溶液：0.01 mg/mL。量取 10.0 mL 硫酸盐（ SO_4 ）标准溶液（0.1 mg/mL），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.5.3 分析步骤

量取 10.0 mL 试验溶液 A（见 6.4.3.1），置于 25 mL 比色管中，加入 10 mL 水，加 0.5 mL 盐酸溶液（20%）及 1 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 5 min。溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较，如果溶液所呈浊度不深于标准比浊溶液，则硫酸盐（以 SO_4 计）含量不大于指标要求；否则硫酸盐（以 SO_4 计）含量大于指标要求。

标准比浊溶液制备：量取适量硫酸盐（ SO_4 ）标准溶液（I 型取 4.00 mL，II 型取 10.00 mL），置于 25 mL 比色管中，以下操作与试验溶液同时同样处理。

6.6 铅（Pb）含量的测定

6.6.1 方法提要

试样溶液中的铅经火焰原子化（或石墨炉原子化），在 283.3 nm 处测定吸光度。在一定浓度范围内，铅产生的吸光度值与质量浓度成正比，采用标准曲线法测定试样中的铅含量。

火焰原子吸收分光光度法检测下限为 0.0003%。石墨炉原子吸收分光光度法检测下限为 0.0001%。

6.6.2 试剂和材料

6.6.2.1 盐酸：优级纯。

6.6.2.2 硝酸：优级纯。

6.6.2.3 硝酸溶液：5+95。用优级纯配制。

6.6.2.4 磷酸二氢铵溶液：称取 2 g 磷酸二氢铵，用水稀释至 100 mL，摇匀。

6.6.2.5 铅（Pb）标准溶液 I：0.1 mg/mL。该标准溶液用于火焰原子吸收分光光度法。

6.6.2.6 铅（Pb）标准溶液 II：1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。量取 1.00 mL 铅（Pb）标准溶液（0.1 mg/mL），置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（5+95）稀释至刻度，摇匀。该标准溶液用于石墨炉原子吸收分光光度法。

6.6.3 仪器设备

6.6.3.1 高温炉：能控制温度为 $500\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.6.3.2 原子吸收分光光度计，配有火焰原子化器或石墨炉原子化器。

6.6.4 分析步骤

6.6.4.1 试验溶液 B 的配制

称取约 3 g 试样，置于瓷蒸发皿中加热炭化（在通风良好的通风橱中），于 $500\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧至白。加 3 mL 盐酸及 1 mL 硝酸，在水浴上蒸干。加 2 滴硝酸及少量水，温热溶解残渣，冷却后转移至 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液 B，用于铅含量和铁含量的测定。同时制备空白试验溶液。

6.6.4.2 系列标准溶液的配制

6.6.4.2.1 火焰原子吸收分光光度法（仲裁法）

量取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 和 4.00 mL 铅（Pb）标准溶液 I，分别置于 6 只 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

6.6.4.2.2 石墨炉原子吸收分光光度法

量取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 和 5.00 mL 铅（Pb）标准溶液 II，分别置于 6 只 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

6.6.4.3 测定

6.6.4.3.1 火焰原子吸收分光光度法（仲裁法）

使用原子吸收分光光度计，在 283.3 nm 波长处，使用空气-乙炔火焰，以水调零，按质量浓度由低到高的顺序将系列标准溶液吸入原子吸收分光光度计，测量其吸光度值，以铅的质量浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

在相同的试验条件下，将试验溶液 B（见 6.6.4.1）和空白试验溶液分别吸入原子吸收分光光度计，测量其吸光度。根据测得的吸光度值从标准曲线上查出铅的质量浓度。

6.6.4.3.2 石墨炉原子吸收分光光度法

将原子吸收分光光度计调整为最佳试验条件（推荐的试验条件见附录 A），在 283.3 nm 波长处，使用石墨炉原子化器，以水调零，按质量浓度由低到高的顺序将 10 μL 系列标准溶液和 5 μL 磷酸二氢铵溶液同时吸入石墨炉，测量其吸光度值，以铅的质量浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

量取 10 mL 试验溶液 B（见 6.6.4.1），置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。同样制备空白试验溶液。在相同的试验条件下，将 10 μL 试验溶液、10 μL 空白试验溶液分别和 5 μL 磷酸二氢铵溶液同时吸入石墨炉，测量其吸光度。根据测得的吸光度值从标准曲线上查出铅的质量浓度。

6.6.5 结果计算

6.6.5.1.1 火焰原子吸收分光光度法

铅（Pb）的质量分数 w_2 ，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ_1 ——从标准曲线查得的试验溶液中铅的质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

ρ_0 ——从标准曲线查得的空白试验溶液中铅的质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

0.1——试验溶液体积的数值，单位为升（L）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

取两次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 0.0002 %。

6.6.5.1.2 石墨炉原子吸收分光光度法

铅（Pb）的质量分数 w_2 ，按式（3）计算：

$$w_2 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-6}}{m \times (10/100)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_1 ——从标准曲线查得的试验溶液中铅的质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

ρ_0 ——从标准曲线查得的空白试验溶液中铅的质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

0.1——试验溶液体积的数值，单位为升（L）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

取两次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 0.0002 %。

6.7 铁（Fe）含量的测定

6.7.1 方法提要

试样溶液中的铁经火焰原子化，在248.3 nm处测定吸光度。在一定浓度范围内，铁产生的吸光度值与质量浓度成正比，采用标准曲线法测定试样中的铁含量。

6.7.2 试剂和材料

6.7.2.1 硝酸。

6.7.2.2 硝酸溶液：5+95。

6.7.2.3 铁（Fe）标准溶液：0.01 mg/mL。量取 10.0 mL 铁（Fe）标准溶液（0.1 mg/mL），置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（5+95）稀释至刻度，摇匀。

6.7.3 仪器设备

6.7.3.1 高温炉：能控制温度为 500 °C ± 50 °C。

6.7.3.2 原子吸收分光光度计：配有铁空心阴极灯。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 系列标准溶液的配制

量取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 和 4.00 mL 铁（Fe）标准溶液，分别置于 6 只 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

6.7.4.2 试验

使用原子吸收分光光度计，在248.3 nm波长处，使用空气-乙炔火焰，以水调零，按质量浓度由低到高的顺序将系列标准溶液吸入原子吸收分光光度计，测量其吸光度值，以铁的质量浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

在相同的试验条件下，将试验溶液B（见6.6.4.1）和空白试验溶液分别吸入原子吸收分光光度计，测量其吸光度值。根据测得的吸光度值从标准曲线上查到铁的质量浓度。

6.7.5 结果计算

铁（Fe）的质量分数 w_3 ，按式（4）计算：

$$w_3 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ρ_1 ——从标准曲线查得的试验溶液中铁的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——从标准曲线查得的空白试验溶液中铁的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

0.1——试验溶液体积的数值，单位为升（L）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

取两次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0.0002%。

6.8 干燥减量的测定

6.8.1 仪器设备

6.8.1.1 称量瓶： $\phi 40 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$ ，并附有严密的磨口塞。

6.8.1.2 电热恒温干燥箱：能控制温度 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.8.2 分析步骤

用已于 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶称取约 2 g 试样（精确至 0.0001 g），置于 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.8.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_4 ，按式（5）计算：

$$w_4 = \frac{m - m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m ——称量瓶和试样干燥前的总质量，单位为克（g）；

m_1 ——称量瓶和试样干燥后的总质量，单位为克（g）；

m_0 ——试样的质量，单位为克（g）。

取两次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%。

6.9 螯合值（以 CaCO_3 计）的测定

按 GB/T 21884 规定的螯合剂螯合钙能力的测定方法进行测定。

取两次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3 mg/g。

6.10 pH 的测定

用无二氧化碳的水将试样配制成 50 g/L 的悬浊液，以下按 GB/T 9724 规定的方法进行测定。

7 检验规则

7.1 本文件第 5 章所列的全部项目为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 原材料、生产工艺不变的条件下，连续生产或同一班组生产的同型号的工业用乙二胺四乙酸为一批。每批产品不超过 100 t。

7.3 采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定确定采样单元数和采样方法。采样时将采样器自包装袋的上方垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。每袋所取试样不少于 50 g；将所采的样品混匀，用四分法缩分至约 500 g，分装入两个干燥、清洁的广口瓶或塑料袋中，密封，粘贴标签，注明：产品名称、批号、型号、采样日期、采样人姓名。一瓶（袋）作质量检验用，另一瓶（袋）保存备查。

7.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 的修约值比较法进行。如果检验结果有一项指标不符合本标准要求时，应重新取样进行检验，重新检验结果即使有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

8.1.1 工业用乙二胺四乙酸包装容器上应有清晰、明显、牢固的标识，其内容包括：

- a) 生产厂名称、厂址；
- b) 产品名称；
- c) 生产日期或批号；
- d) 型号；
- e) 净含量；
- f) 本文件编号；
- g) GB/T 191 规定的“怕雨”、“怕晒”标志。

8.1.2 每批出厂的工业用乙二胺四乙酸都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 型号；
- d) 批号或生产日期；
- e) 产品质量检验结果或检验结论；
- f) 本文件编号。

8.2 包装

工业用乙二胺四乙酸采用两层包装，内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装为方底三层牛皮纸包装袋，产品净含量为 25 kg。如需其他包装方式，供需双方另行协商。

8.3 运输

工业用乙二胺四乙酸运输时防止雨淋和日晒，防止包装袋破损。

8.4 贮存

工业用乙二胺四乙酸贮存于清洁、通风、干燥的库房内。

附录 A
(资料性)

石墨炉原子吸收分光光度法测定铅含量推荐试验条件

石墨炉原子吸收分光光度法测定铅含量推荐的试验条件如下：

- a) 波长：283.3 nm；
- b) 工作灯电流：2.0 mA；
- c) 干燥温度：100 ℃；
- d) 升温时间：5 s；
- e) 保持时间：10 s；
- f) 灰化温度：800 ℃；
- g) 升温时间：5 s；
- h) 保持时间：20 s；
- i) 原子化温度：1700 ℃，保持 2 s；
- j) 净化温度：1800 ℃；
- k) 背景校正：氘灯。