

聚天冬氨酸锌--产品企业标准

聚天冬氨酸锌

Polyaspartic acid Zinc

前 言

本标准根据聚天冬氨酸锌的生产及使用情况而订。

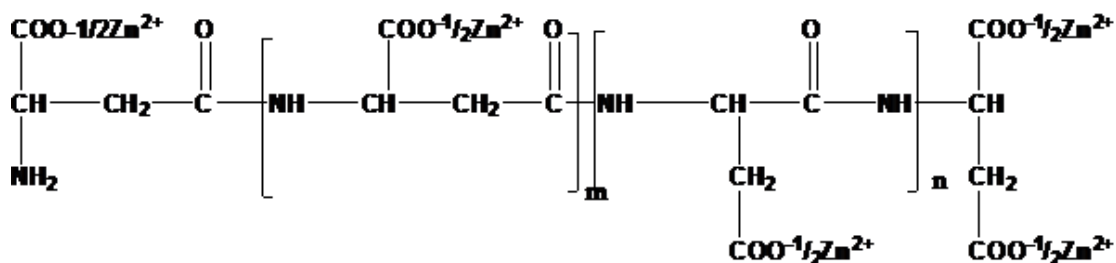
本标准由山东远联化工有限公司负责起草。

聚天冬氨酸锌

1. [范围]

本标准规定了聚天冬氨酸锌产品的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于以 L-天冬氨酸为原料制得的聚天冬氨酸锌，该产品主要作为肥料增效剂使用。



2. [引用标准]

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最

新版本适用于本标准。

GB/T 191 包装贮运图示标志

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备 (neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

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

GB 8820—2010 《食品安全国家标准 食品添加剂 葡萄糖酸锌》

HG/T 3822-2006 聚天冬氨酸 (盐)

3. [技术要求]

3.1 外观：棕色液体。

3.2 聚天冬氨锌应符合表 1 要求

指标名称		指标
固体含量， %	≥	30.0
密度(20℃)， g/cm ³	≥	1.17
极限粘数(30℃)， dL/g		0.020 ~ 0.080
pH 值 (原液)		3 ~ 10
锌含量 (固体中) %	≥	12.0

表 1

4. [试验方法]

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 三级水的规定。

试验中所需制剂及制品，在没有特殊注明时，按 GB/T603 之规定制备。

4.1 鉴别

采用红外光谱仪鉴别产品，产品的红外吸收光谱图参见附录 A 中图 A.1。

4.2 固体含量的测定

4.2.1 方法提要

在一定温度下，将一定量的试样在电热干燥箱中烘干，直至恒重，通过试样烘干前后的质量变化测定固体含量。

4.2.2 仪器和设备

一般实验室用仪器和

扁称量瓶：d 60 mm×30 mm。

4.2.3 分析步骤

称量约 0.7g 试样，精确到 0.2mg，置于已恒重的称量瓶中，小心摇动使试样自然流动，于瓶底形成一层均匀的薄膜。然后放入电热干燥箱中，从室温开始加热，于 $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥 4h，取出放入干燥器中冷却至室温，然后称量，直至恒量。

4.2.4 分析结果的表述

固体含量以质量分数 W_1 计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$m_2 - m_1$$

$$W_1 = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_2 ——干燥后的试样与称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）。

4.2.5 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%。

4.3 密度的测定

4.3.1 方法提要

由密度计在被测液体中达到平衡状态时所浸没的深度读出该液体的密度。

4.3.2 仪器和设备

4.3.2.1 密度计：分度值为 0.001g/cm³。

4.3.2.2 恒温水浴：温度可控制在（20±1）℃。

4.3.2.3 玻璃量筒：500mL。

4.3.2.4 温度计：（0～50）℃，分度值为 0.1℃。

4.3.3 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℃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 2～3 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。

4.4 极限粘数的测定

4.4.1 方法提要

试样溶于硫氰酸钠溶液中，用乌氏粘度计测定其极限粘数。

4.4.2 试剂和材料

硫氰酸钠溶液：101g/L；

4.4.3 仪器和设备

4.4.3.1 乌氏粘度计（如图 1）：毛细管内径 0.50 mm（±2%），（30±0.3）℃时，蒸馏水流过计时标线 E、F 的时间为 100 s 以上。

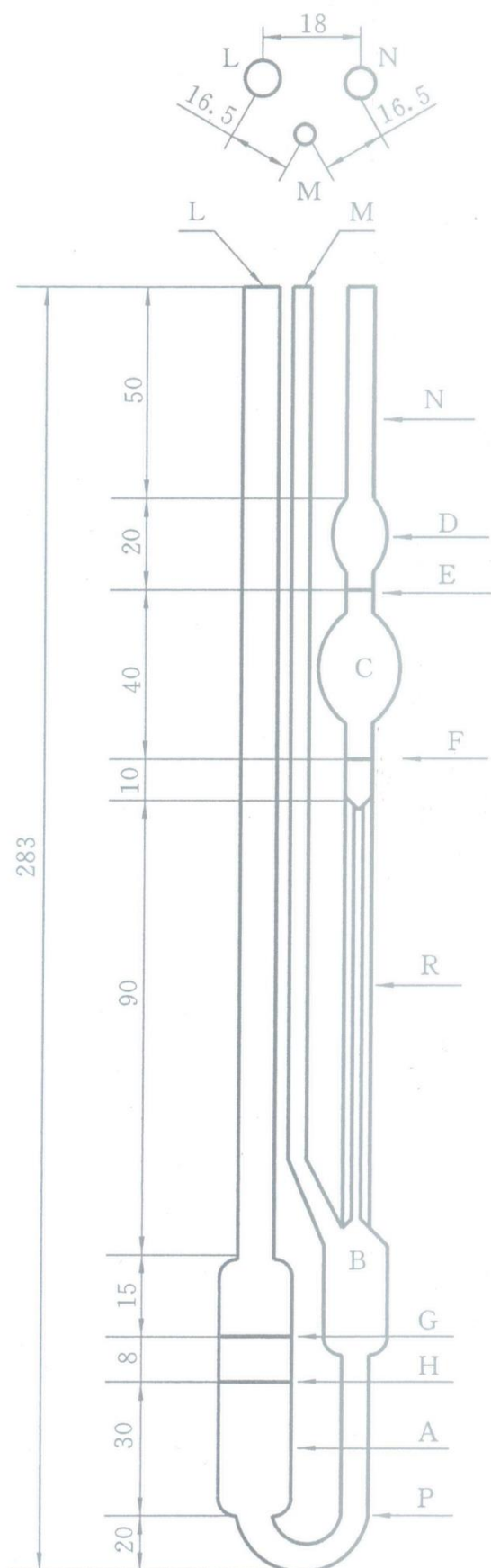


图 1 乌氏粘度计

A—低部贮球，外径 26 mm；B—悬浮水平球；C—计时球，容积 3.0mL($\pm 0.5\%$)；D—上部贮球；

E、F—计时标线；G、H—充装标线；L—架置管，外径 11 mm；M—下部出口管，外径 6 mm；

N—上部出口管，外径 7 mm；P—连接管，内径 6.0 mm($\pm 5\%$)；R—工作毛细管，内径 0.50 mm($\pm 2\%$)

4.4.3.2 恒温水浴：温度可控制在 $(30 \pm 0.3) ^\circ\text{C}$ ；

4.4.3.3 温度计： $(0 \sim 50) ^\circ\text{C}$ ，分度值为 0.1°C ；

4.4.3.4 秒表：最小分度值 0.1 s；

4.4.3.5 培养皿： $d 85 \text{ mm}$ 。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 硫氰酸钠溶液流出时间的测定

将洁净干燥的乌氏粘度计垂直置于 $(30 \pm 0.3) ^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中，经 G_3 玻璃烧结漏斗加入硫氰酸钠溶液至粘度计充装标线 G 和 H 刻度之间为止，恒温 10min ~ 15min。用洗耳球将硫氰酸钠溶液吸入 C 球标线 E 以上，用秒表测定硫氰酸钠溶液流过计时标线 E、F 的时间，连续测定三次，误差不超过 0.2s，取其平均值，以 t_0 表示。

4.4.4.2 试液的制备及测定

称取试样 5g 于培养皿中，置于烘箱中，从室温升温，在 $(120 \pm 2) ^\circ\text{C}$ 烘至恒量。

称取 0.8g ~ 1.0g 干燥的试样，精确至 0.2mg。用硫氰酸钠溶液溶解，移入 100mL 容量瓶中，用硫氰酸钠溶液稀释至刻度，摇匀，备用。

加入经 G₃ 玻璃烧结漏斗过滤的试液于洁净干燥的乌氏粘度计内，待液面达 G 和 H 之间为止，以下步骤按（4.4.4.1）中自“恒温 10min ~ 15min.....”开始操作至“不超过 0.2s”为止。取其平均值，以 t 表示。

4.4.5 分析结果的表述

以 dL/g 表示的极限粘数 $[\eta]$ 按式（2）计算：

$$[\eta] = \frac{\sqrt{2(\eta_{sp} - \ln \eta_r)}}{c} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

η_{sp} ——增比粘度， $\eta_{sp} = (t - t_0)/t_0$ ；

η_r ——相对粘度， $\eta_r = t/t_0$ ；

c ——试液的浓度的数值，单位为克每分升（g/dL）；

t_0 ——硫氰酸钠溶液流过粘度计计时标线 E、F 的时间的数值，单位为秒（s）；

t ——试液流过粘度计计时标线 E、F 的时间的数值，单位为秒（s）。

4.4.6 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 0.006dL/g。

4.5 pH 值的测定

4.5.1 仪器和设备

一般实验室用仪器和

4.5.1.1 酸度计：精度 $\pm 0.02\text{pH}$ 单位，配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

4.5.1.2 磁力搅拌器。

4.5.2 分析步骤

在 200ml 的烧杯中，加入约 100ml 的聚天冬氨酸锌原样，置于磁力搅拌器上，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。

4.6 锌盐鉴别

4.6.1 方法提要

锌盐与亚铁氰化钾试液反应生成白色沉淀，沉淀在稀盐酸中不溶解，以此鉴别锌离子（参照 GB 8820—2010 《食品安全国家标准 食品添加剂 葡萄糖酸锌》的测定方法进行测定）。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 亚铁氰化钾溶液：100m/L。

4.6.2.2 盐酸溶液 1+4。

4.6.3 分析步骤

取 1.0g 实验室样品，精确至 0.01g，置于 50 mL 试管中，加入 20 mL 水溶解，必要时加热使溶解，加亚铁氰化钾溶液，即发生白色沉淀，分析，沉淀在稀盐酸中不溶解。

4.7 锌含量的测定

4.7.1 方法提要

以铬黑 T 为指示剂，用乙二胺四乙酸钠标准滴定液滴定样品水溶液，根据乙二胺四乙酸钠

标准滴定液的用量，计算固体中锌含量。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 氨—氯化铵缓冲液（pH≈10）：称取 54g 氯化铵溶于 200 mL 水中，加入 350mL 氨水，用水稀释至 1000mL。

4.7.2.2 铬黑 T 指示剂：溶解 0.50g 铬黑 T 于 85mL 三乙醇胺，再加入 15mL 乙醇。

4.7.2.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定液：c（EDTA）约 0.01mol/L。

4.7.3 分析步骤

称取 0.5 g 干燥至恒重样品，精确至 0.0001 g，加水使溶解，定容至 100 mL。取 5mL 溶液，加水至约 80mL，加入 5 mL 氨—氯化铵缓冲溶液，铬黑 T 指示剂少许，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色，并将滴定结果用空白试验校正。

4.7.4 结果计算

锌含量以质量分数 W 计，数值以%表示，下式计算：

$$w = \frac{c * (V_1 - V_0) * M}{50 * m} * 100$$

式中：

V1——滴定试液时消耗 EDTA 标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V0——滴定空白试液时消耗 EDTA 标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

C——EDTA 标准溶液的实际浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m——称取固体样品的质量，单位克（g）。

M——锌（Zn）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/摩尔）（ $M=65.39$ ）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两侧平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为型式检验项目，在正常生产情况下，每 6 个月至少进行一次型式检验。其中固含量、密度、极限粘数、pH 等四项指标项目应逐批检验。

5.2 每批产品应不超过 20t。

5.3 聚天冬氨酸锌应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定逐批检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。

5.4 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

5.5 按 GB/T 6678 第 7.6 条的规定确定采样单元数。

采样时先充分混匀，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，分装入两个清洁、干燥的瓶中，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。

5.6 按 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

5.7 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。核验结果如仍有一项不符合本标准要求时，整批产品为不合格。

5.8 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。

6 标志、标签和包装

6.1 聚天冬氨酸锌的包装桶上应涂刷牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、产品质量符合本标准的证明、本标准编号及 GB/T 191 规定的标志 3 “向上”。

6.2 每批出厂的聚天冬氨酸锌应附有质量合格证，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量和本标准编号。

6.3 聚天冬氨酸锌采用聚乙烯塑料桶包装，每桶净质量 25 kg 或 250 kg。

6.4 运输时防止曝晒，贮存在通风干燥的库房里。

6.5 聚天冬氨酸锌的贮存期为十个月。