

化学工业 标准汇编

水处理剂与工业用水水质分析方法（上）

全国化学标准化技术委员会水处理剂分会
中国标准出版社第一编辑室

编



 中国标准出版社

化学工业标准汇编

水处理剂与工业用水水质分析方法

(上)

全国化学标准化技术委员会水处理剂分会 编
中国标准出版社第二编辑室

中国标准出版社

北京

图书在版编目 (CIP) 数据

化学工业标准汇编. 水处理剂与工业用水水质分析方法. 上/全国化学标准化技术委员会水处理剂分会, 中国标准出版社第二编辑室编. —北京: 中国标准出版社, 2010

ISBN 978-7-5066-5677-1

I. 化… II. ①全…②中… III. ①化学工业-标准-汇编-中国②水处理剂-化学分析-标准-汇编-中国③工业用水-水质分析-标准-汇编-中国 IV. TQ-65 TU991.2-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 004425 号

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 32.75 字数 954 千字

2010 年 2 月第一版 2010 年 2 月第一次印刷

*

定价 168.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



出版说明

《化学工业标准汇编 水处理剂与工业用水水质分析方法》自 1996 年首次出版以来,一直深受广大企业、读者欢迎。为了满足读者及相关行业的生产、使用和科研的迫切需要,我们重新组织编写了本汇编。本版除保留了 2007 版中的现行有效标准外,又增收了截至 2009 年 11 月底批准发布的有关水处理剂与工业用水分析方法的国家标准和相关的行业标准。为方便读者查找、使用,将标准归类分为水处理剂基础标准与通用方法、水处理剂性能评价方法、水处理剂产品、工业循环冷却水水质分析方法、锅炉用水和冷却水水质分析方法、工业循环冷却水污垢和腐蚀产物测定方法等六个部分,并分上、下册出版。

本汇编汇集了截至 2009 年 11 月底批准发布的现行标准共 128 项,其中国家标准 72 项,行业标准 56 项。上册收录的是水处理剂基础标准与通用方法、水处理剂性能评价方法、水处理剂产品三部分的相关标准共 59 项,其中国家标准 26 项,行业标准 33 项。

本汇编收录的国家标准的属性已在目录上标明(GB 或 GB/T),年号用四位数表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些国家标准时,其属性以目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

本汇编包括的标准,由于出版年代的不同,其格式、计量单位乃至技术术语不尽相同。这次汇编时只对原标准中技术内容上的错误以及其他明显不妥之处做了更正。

本套汇编目录中,凡标准名称后用括号注明原国家标准号“(原 GB ××××—××)”的行业标准,均由国家标准转化而来。这些标准因未另出版行业标准文本(即仅给出行业标准号,正文内容完全不变),故本汇编中正文部分仍为原国家标准。与此类似的专业标准、部标准转化为行业标准的情况也照此处理。

中国标准出版社

2009 年 12 月

目 录

水处理剂基础标准与通用方法

GB/T 16881—2008	水的混凝、沉淀试杯试验方法	3
GB/T 22592—2008	水处理剂 pH 值测定方法通则	9
GB/T 22593—2008	水处理剂 极限粘数测定方法通则	15
GB/T 22594—2008	水处理剂 密度测定方法通则	21
GB/T 22596—2008	水处理剂 铁含量测定方法通则	27
GB/T 22598—2008	水处理化学品 铅含量测定方法	33
GB/T 22599—2008	水处理化学品 砷含量测定方法	37
HG/T 2160—2008	冷却水动态模拟试验方法	43
HG/T 2762—2006	水处理剂产品分类和代号命名	57
HG/T 3523—2008	冷却水化学处理标准腐蚀试片技术条件	63
HG/T 3778—2005	冷却水系统化学清洗、预膜处理技术规则	69

水处理剂性能评价方法

GB/T 16632—2008	水处理剂阻垢性能的测定 碳酸钙沉积法	85
GB/T 18175—2000	水处理剂缓蚀性能的测定 旋转挂片法	90
GB/T 20778—2006	水处理剂可生物降解性能评价方法 CO ₂ 生成量法	97
GB/T 22595—2008	杀生剂能效的评价方法 异养菌	113
GB/T 22626—2008	水处理剂阻垢性能的测定 磷酸钙沉积法	121
HG/T 2024—1991	水处理药剂阻垢性能测定方法 鼓泡法	126
HG/T 3924—2007	锅炉水处理药剂性能评价方法 动态法	131

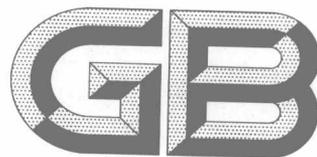
水处理剂产品

GB 4482—2006	水处理剂 氯化铁	147
GB 10531—2006	水处理剂 硫酸亚铁	163
GB/T 10533—2000	水处理剂 聚丙烯酸	173
GB/T 10535—1997	水处理剂 水解聚马来酸酐	180
GB/T 13803.2—1999	木质净水用活性炭	186
GB 14591—2006	水处理剂 聚合硫酸铁	189
GB 15892—2009	生活饮用水用聚氯化铝	207
GB 17514—2008	水处理剂 聚丙烯酰胺	225
GB/T 20783—2006	稳定性二氧化氯溶液	237
GB/T 22591—2008	水处理剂 双 1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸	245
GB/T 22627—2008	水处理剂 聚氯化铝	255
GB/T 23849—2009	二溴海因	267
GB/T 23854—2009	溴氯海因	277

GB/T 23856—2009	二氯海因	285
HG 2227—2004	水处理剂 硫酸铝	293
HG/T 2228—2006	水处理剂 多元醇磷酸酯	305
HG/T 2229—1991	水处理剂 马来酸酐-丙烯酸共聚物	312
HG/T 2230—2006	水处理剂 十二烷基二甲基苄基氯化铵	319
HG/T 2429—2006	水处理剂 丙烯酸-丙烯酸酯类共聚物	325
HG/T 2430—1993(2004)	水处理剂 阻垢缓蚀剂Ⅱ	333
HG/T 2431—1993(2004)	水处理剂 阻垢缓蚀剂Ⅲ	338
HG/T 2837—1997	水处理剂 聚偏磷酸钠	344
HG/T 2838—1997	水处理剂 聚丙烯酸钠	352
HG/T 2839—1997	水处理剂 羟基乙叉二膦酸二钠	358
HG/T 2840—1997	水处理剂 氨基三甲叉膦酸(固体)	365
HG/T 2841—2005	水处理剂 氨基三亚甲基膦酸	373
HG/T 3263—2001	三氯异氰尿酸	382
HG/T 3537—1999	水处理剂 羟基亚乙基二膦酸	387
HG/T 3538—2003	水处理剂 乙二胺四亚甲基膦酸钠(EDTMPS)	395
HG/T 3541—2003	水处理剂 结晶氯化铝	405
HG/T 3642—1999(2007)	水处理剂 丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物	419
HG/T 3657—2008	水处理剂 异噻唑啉酮衍生物	427
HG/T 3662—2000	水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷	434
HG 3746—2004	水处理剂用 铝酸钙	445
HG/T 3777—2005	水处理剂 二亚乙基三胺五亚甲基膦酸	457
HG/T 3779—2005	二氯异氰尿酸钠	467
HG/T 3822—2006	聚天冬氨酸(盐)	475
HG/T 3823—2006	聚环氧琥珀酸(盐)	483
HG/T 3824—2006	苯骈三氮唑	493
HG/T 3925—2007	甲基苯骈三氮唑	499
HG/T 3926—2007	水处理剂 2-羟基膦酰基乙酸(HPAA)	507



水处理剂基础标准与
通用方法



中华人民共和国国家标准

GB/T 16881—2008
代替 GB/T 16881—1997

水的混凝、沉淀试杯试验方法

Coagulation—Deposition jar test of water

2008-06-04 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准代替 GB/T 16881—1997《水的混凝、絮凝杯罐试验方法》。

本标准与 GB/T 16881—1997 相比主要变化如下：

- 本标准名称修改为《水的混凝、沉淀试杯试验方法》；
- 本标准增加了对高速度梯度(G 值)试验要求。

本标准由中华人民共和国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位：光明化工研究设计院、同济大学、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：李成国、郭喜民、郭丰祥、李风亭、白莹。

本标准于 1997 年首次发布。

水的混凝、沉淀试杯试验方法

1 范围

本标准规定了水的混凝、沉淀试杯试验的试验装置、操作条件和操作步骤。

本标准适用于确定水的混凝、沉淀过程的工艺参数,包括:混凝剂、絮凝剂的种类、用量、水的 pH 值、温度、以及各种药剂的投加顺序等。

2 规范性引用文件

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 605 化学试剂 色度测定通用方法(GB/T 605—2006 ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 5750 生活饮用水标准检验法

GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则(GB/T 9724—2007, ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 15724.1 试验室玻璃仪器 烧杯(GB/T 15724.1—1995, ISO 3819:1985,NEQ)

3 方法提要

水的混凝、沉淀试杯试验包括快速搅拌、慢速搅拌和静止沉降等三个步骤。投加的混凝剂、絮凝剂经快速搅拌而迅速分散并与水样中的胶粒接触,胶粒开始凝聚产生微絮体。通过慢速搅拌,微絮体进一步相互接触长成较大的颗粒。停止搅拌后,形成的胶粒聚集体依靠重力沉降于容器底部。

通过测定水样在试验后的浊度、色度,即可判定混凝剂的性能。

4 装置

4.1 多联搅拌器

转速可以在 $20 \text{ r/min} \sim 150 \text{ r/min}$ 之间无级调节。搅拌桨片由轻质耐腐材料制成,桨片尺寸为 $60 \text{ mm} \times 40 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$,形状为矩形。在多联搅拌器的底座或内侧正面有照明装置,通过它可以观察絮片的形成。多联搅拌器和搅拌桨片尺寸、浸入水中的位置示意图参见图 1。

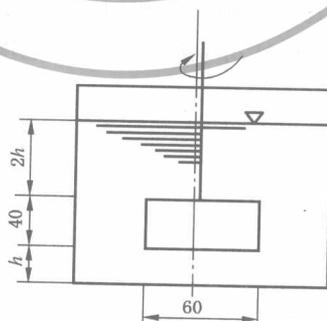


图 1 搅拌桨片尺寸及位置示意图

多联搅拌器具有以下性能：

- a) 全部搅拌桨片的启动、运行和停车同步；
- b) 搅拌桨片的转速能在一定范围内连续变化，并在不停车的情况下，全部搅拌桨片能平稳地同步变速；
- c) 当全部搅拌桨片在水样容积相等的容器中，按几何尺寸相似的淹没条件下进行搅拌时，对每个水样的搅拌输入功率相等；
- d) 搅拌器的搅拌功率应能对水样产生范围为 $10\text{ s}^{-1}\sim 150\text{ s}^{-1}$ 的速度梯度；
- e) 在整个试杯试验的搅拌过程以及试验的观察测定过程中，搅拌桨片浸入水中部分的材质以及搅拌器的各种功能设计必须做到对水质在成分、水温以及观察过程不产生影响。

4.2 烧杯：满足 GB/T 15724.1 的要求。同一组实验中，使用烧杯的尺寸和外形要求相同，容积不小于 2 000 mL。

4.3 高速度梯度(G 值)试验

对于凝聚过程有特殊要求的高 G 值试验，桨片可采用相适应的形状和尺寸，转速在 1 000 r/min 内可调，以满足 G 值上限达到 $1\ 000\text{ s}^{-1}$ 的要求。

5 操作步骤

5.1 根据多联搅拌器所设置的烧杯数目，各量取 1 000 mL 水样装入烧杯中，并将烧杯定位。然后把搅拌桨片放入水中，桨片的轴要偏离烧杯中心，桨片与烧杯壁之间至少要有 6.4 mm 的间隙。记录试验开始时的温度。

5.2 把已配好混凝剂、絮凝剂装入试剂架的试管中。投药前，用水将各试管中的药剂稀释至 10 mL。若某种药剂的投加量大于 10 mL，其他试管也应补水，直至体积与用量最大的药剂体积相等。添加悬浮液药剂时，应在投加前摇匀药剂。

5.3 开动多联搅拌器，在 120 r/min 转速下快速搅拌。按预定的药剂投加量同时向各个烧杯中投加药剂，搅拌 30 s~60 s。

5.4 降低转速至 20 r/min~40 r/min，转速以能够保持烧杯内颗粒均匀悬浮起来为度。慢速搅拌约 5 min~20 min。记录初始絮片产生的时间。

5.5 完成慢速搅拌后，把搅拌桨从水中提出来，观察絮体的沉降，记录大部分絮体沉降所需的时间。但在某些情况下，沉降受到对流的影响，此时记录的沉降时间应当是向上与向下运动的未沉降絮体数量大致相等的时间。

5.6 沉降 15 min 后，记录烧杯底部絮片的外观。在相同时间，用移液管在烧杯中相同位置处吸取适量水样，按 GB/T 605、GB/T 5750、GB/T 9724 分别测定水样的色度、浊度及 pH 值。

6 结果的计算

按以下格式记录并报告结果。

水的混凝、沉淀试杯试验结果记录

水样 _____ pH 值 _____ 浊度 _____ FUN 日期 _____
 地点 _____ 色度 _____ 度 温度 _____ °C 体积 _____ mL

项 目		试 验 杯 号					
		1	2	3	4	5	6
加药顺序 及剂量 (mg/L)	1						
	2						
	3						
沉 淀 试 验	快搅速度/(r/min)						
	快搅时间/min						
	慢搅速度/(r/min)						
	慢搅时间/min						
	出现絮体时间及一般描述						
	絮体大小						
	沉降时间						
	浊度(FUN)						
	色度(度)						
	pH						

7 重复性

为了验证重复性,建议采用成对操作,即每对烧杯同时加入同样品种、同样剂量的药剂进行处理。



中华人民共和国国家标准

GB/T 22592—2008

水处理剂 pH 值测定方法通则

Water treatment reagent—General rules for the determination of pH

(ISO 10523:1994, Water quality—Determination of pH, NEQ)



2008-12-23 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准对应于 ISO 10523:1994《水质 pH 的测定》(英文版),与 ISO 10523:1994 的一致性程度为非等效。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:中海油天津化工研究设计院、天津正达科技有限责任公司。

本标准主要起草人:白莹、李琳、邵宏谦。

水处理剂 pH 值测定方法通则

1 范围

本标准规定了电位法测定水处理剂 pH 值的方法通则。

本标准适用于 pH 值在 0~14 范围内的水处理剂溶液测定。

2 规范性引用文件

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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

3 原理

将规定的指示电极和参比电极浸入同一被测溶液中,成一原电池,其电动势与溶液的 pH 值有关。通过测量原电池的电动势即可得出溶液的 pH 值。

4 试剂和材料

本标准所用试剂和水,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,均按 GB/T 603 之规定制备。

4.1 草酸盐标准缓冲溶液: $c[\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}] = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

称取 12.71 g 四草酸钾 $[\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 溶于无二氧化碳的水中,稀释至 1 000 mL。

4.2 酒石酸盐标准缓冲溶液:饱和溶液。

于 25 °C,用无二氧化碳的水溶解过量的酒石酸氢钾(约 75 g/L)并剧烈振摇以制备其饱和溶液。

4.3 苯二甲酸盐标准缓冲溶液: $c(\text{C}_6\text{H}_4\text{CO}_2\text{HCO}_2\text{K}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

称取 10.21 g 预先于 $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$ 干燥 1 h 的苯二甲酸氢钾,溶于无二氧化碳的水中,稀释至 1 000 mL。

4.4 磷酸盐标准缓冲溶液: $c(\text{KH}_2\text{PO}_4) = 0.025 \text{ mol/L}$; $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4) = 0.025 \text{ mol/L}$ 。

称取预先在 $(120 \pm 10)^\circ\text{C}$ 干燥 2 h 的磷酸二氢钾 3.39 g 和磷酸氢二钠 3.53 g 溶于无二氧化碳的水中,稀释至 1 000 mL。

4.5 硼酸盐标准缓冲溶液: $c(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

称取 3.80 g 四硼酸钠 $(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$,溶于无二氧化碳的水中,稀释至 1 000 mL。置于聚乙烯塑料瓶中密闭保存。存放时应防止空气中二氧化碳进入。

4.6 氢氧化钙标准缓冲溶液:饱和溶液。

于 25 °C,用无二氧化碳的水制备氢氧化钙的饱和溶液。氢氧化钙溶液的浓度 $c[1/2\text{Ca}(\text{OH})_2]$ 应在 0.040 0 mol/L~0.041 2 mol/L 之间。存放时应防止空气中二氧化碳进入。一旦出现混浊,应弃去重配。

注:为保证 pH 值的准确度,上述标准缓冲溶液必须使用 pH 基准试剂配制。

不同温度时各标准缓冲溶液的 pH 值列于表 1。

表 1

温度/℃	pH 值					
	草酸盐标准 缓冲溶液	酒石酸盐标准 缓冲溶液 ¹⁾	苯二甲酸盐标准 缓冲溶液	磷酸盐标准 缓冲溶液	硼酸盐标准 缓冲溶液	氢氧化钙标准 缓冲溶液
0	1.67	—	4.00	6.98	9.46	13.42
5	1.67	—	4.00	6.95	9.40	13.21
10	1.67	—	4.00	6.92	9.33	13.00
15	1.67	—	4.00	6.90	9.28	12.81
20	1.68	—	4.00	6.88	9.22	12.63
25	1.68	3.56	4.01	6.86	9.18	12.45
30	1.69	3.55	4.01	6.85	9.14	12.29
35	1.69	3.55	4.02	6.84	9.10	12.13
40	1.69	3.55	4.04	6.84	9.07	11.98

1) 低温会降低酒石酸氢钾的溶解性,故不可用于 25℃ 以下的温度。

5 仪器、设备

5.1 酸度计:分度值为 0.02 pH 单位。

5.2 玻璃指示电极:使用前须在水中浸泡 24 h 以上,使用后应立即清洗并浸于水中保存。若玻璃电极表面污染,可先用肥皂或洗涤剂洗。然后用水淋洗几次,再浸入盐酸(1+9)溶液中,以除去污物。最后用水洗净,浸入水中备用。

5.3 饱和甘汞参比电极:使用时电极上端小孔的橡皮塞必须拔出,以防止产生扩散电位影响测定结果。电极内氯化钾溶液中不能有气泡,以防止断路。溶液中应保持有少许氯化钾晶体,以保证氯化钾溶液的饱和。注意电极液络部不被沾污或堵塞,并保持液络部适当的渗出流速。

5.4 复合电极:可代替玻璃指示电极和饱和甘汞参比电极使用,按仪器使用说明书保存电极。

6 分析步骤

6.1 调试:按酸度计说明书调试仪器。

6.2 定位:按试剂和材料所述,分别制备两种标准缓冲溶液,使其中一种的 pH 值大于并接近试样的 pH 值,另一种小于并接近试样的 pH 值。调节 pH 计温度补偿旋至所测试样温度值。按照表 1 所标明的数据,依次校正标准缓冲溶液在该温度下的 pH 值。重复校正直到其读数与标准缓冲溶液的 pH_s 值相差不超过 0.02 pH 单位。

6.3 测定:用分度值为 1℃ 的温度计测量试样的温度。称取 1.00±0.01 g 试样,置于 100 mL 容量瓶中,用无二氧化碳水稀释至刻度,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。此读数至少稳定 1 min。

注:冲洗电极后用干净滤纸将电极底部水滴轻轻地吸干,注意勿用滤纸去擦电极,以免电极带静电,导致读数不稳定。

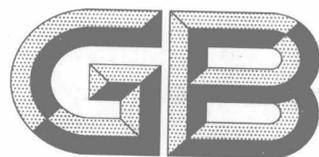
7 分析结果的表述

- 7.1 报告被测试样温度时应精确到 1 °C。
- 7.2 报告被测试样的 pH 值时应精确到 0.01 pH 单位。

8 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 0.1 pH 单位。





中华人民共和国国家标准

GB/T 22593—2008

水处理剂 极限粘数测定方法通则

Water treatment reagent—
General rules for the determination of limiting viscosity number

2008-12-23 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:中海油天津化工研究设计院、天津正达科技有限责任公司。

本标准主要起草人:白莹、朱传俊、邵宏谦、李琳。

水处理剂 极限粘数测定方法通则

1 范围

本标准规定了水处理剂极限粘数测定的通用方法。

本标准适用于水处理剂极限粘数的测定。

2 规范性引用文件

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

3 原理

用所选取的空白溶液将水处理剂配制成稀溶液,用乌氏黏度计测定其极限粘数。

4 试剂和材料

本标准所用试剂和水,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。

4.1 氢氧化钠溶液:80 g/L。

4.2 硫氰酸钠溶液:101 g/L。

4.3 硝酸钠溶液:85 g/L。

5 仪器、设备

5.1 乌氏黏度计(如图 1):毛细管内径 0.50 mm($\pm 2\%$)。(30 ± 0.1) $^{\circ}\text{C}$ 时,蒸馏水流出计时标线 E、F 的时间为 100 s 以上。

5.2 恒温水浴:温度控制在(30 ± 0.1) $^{\circ}\text{C}$ 。

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

5.4 秒表:最小分度值为 0.1 s。

5.5 培养皿: d 85 mm。

5.6 耐酸滤过漏斗: G_3 , 40 mL。

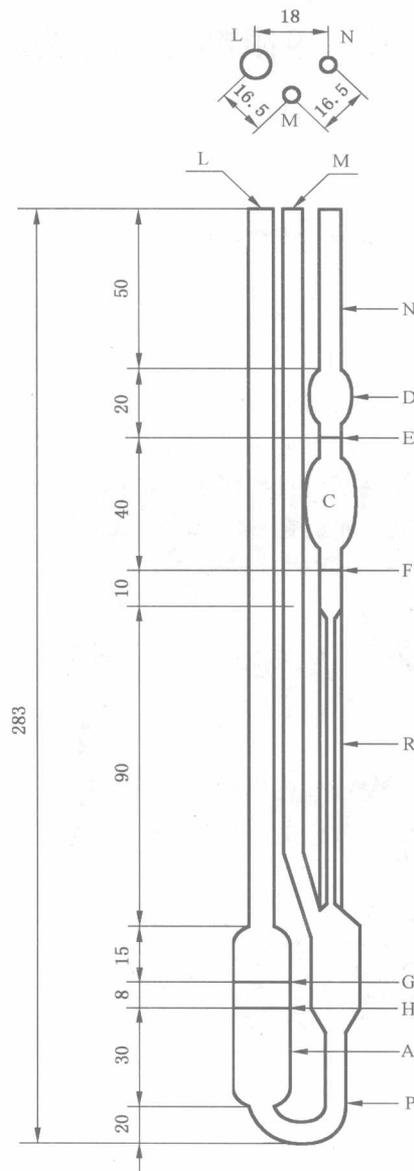
6 分析步骤

6.1 空白溶液

根据水处理剂产品相关的标准选择适宜的空白溶液。

6.2 空白试验流出时间的测定

将洁净、干燥的乌氏黏度计垂直置于(30 ± 0.1) $^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中,使 D 球全部浸没在水面下。经 G_3 耐酸滤过漏斗加空白溶液至乌氏黏度计充装标线 G、H 之间为止。恒温 10 min~15 min。将 M 管套一胶管,用夹子夹住。用洗耳球将空白溶液吸入 C 球标线 E 以上,开启 M 管,用秒表测定空白溶液流过计时标线 E、F 的时间,连续测定三次,误差不超过 0.2 s。取其平均值 t_0 。



- A——底部贮球, 外径 26 mm;
- B——悬浮水平球;
- C——计时球, 容积 3.0 mL(±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(±5%);
- R——工作毛细管, 内径 0.50 mm(±2%)。

注: 各管长度及球形尺寸公差为±10%或±10 mm, 以最小值而定。

图 1 乌氏黏度计

6.3 试液的制备

6.3.1 固体产品

结合相关产品标准的规定称取适量的固体或胶体试样,精确至 0.2 mg,置于干燥的 50 mL 的烧杯内,用空白溶液溶解。全部转移至 100 mL 容量瓶中,并用空白溶液稀释至刻度,摇匀。

6.3.2 液体产品

称取适量液体试样置于培养皿中,用氢氧化钠溶液仔细调节试液的 pH 值至 9.0(用精密 pH 试纸检查)。然后放入电热干燥箱内,从室温开始加热,于 $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下干燥 4 h,于干燥器中冷却至室温,即制成干燥试样。再结合相关产品标准的规定称取适量的干燥试样,精确到 0.2 mg,置于 50 mL 烧杯中,用约 20 mL 空白溶液溶解,全部转移至 50 mL 容量瓶中,用空白溶液稀释至刻度,摇匀。

6.3.3 测定

按照 6.2 中空白溶液流出时间的测定步骤,测定试液的流出时间 t_1 。

7 分析结果的表述

试样的极限粘数以 η 计,数值以 dL/g 表示,按式(1)计算:

$$\eta = \frac{\sqrt{2(\eta_{sp} - \ln\eta_r)}}{c} = \frac{\sqrt{2[(t/t_0 - 1) - \ln t/t_0]}}{c} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

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

η_r ——相对黏度, $\eta_r = t/t_0$;

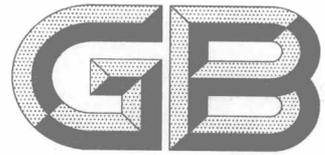
c ——试液的浓度的数值,单位为克每分升(g/dL);

t_0 ——空白溶液流过黏度计计时标线 E、F 的时间的数值,单位为秒(s);

t ——试液流过黏度计计时标线 E、F 的时间的数值,单位为秒(s)。

8 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 0.004 dL/g。



中华人民共和国国家标准

GB/T 22594—2008

水处理剂 密度测定方法通则

Water treatment reagent—General rules for the determination of density



2008-12-23 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:白莹、邵宏谦、李琳。

水处理剂 密度测定方法通则

1 范围

本标准规定了水处理剂密度测定的通用方法。

本标准适用于液态水处理剂密度的测定。

2 规范性引用文件

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

3 密度计法

3.1 方法提要

由密度计在被测样品中达到平衡状态时所浸没的深度读出该液体的密度。

3.2 仪器、设备

3.2.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm^3 。

3.2.2 玻璃量筒:250 mL~500 mL。

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

3.3 分析步骤

3.3.1 恒温(20°C)下密度的测定:将待测试样缓慢注入清洁、干燥的量筒内,不得有气泡,将量筒置于 20°C 的恒温水浴中。待温度恒定后,将清洁、干燥的密度计缓缓放入试样中,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),即为恒温(20°C)下试样的密度。

3.3.2 常温 t ($^\circ\text{C}$)下密度的测定:按上述操作在常温下测定。

3.4 分析结果的表述

常温 t ($^\circ\text{C}$)下试样的密度以 ρ_t 计,数值以克每立方厘米(g/cm^3)表示,按式(1)计算:

$$\rho_t = \rho'_t + \rho'_t a (20 - t) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ'_t ——试样在 t 时由密度计读取的数值,单位为克每立方厘米(g/cm^3);

a ——密度计的玻璃膨胀系数的数值,通常为 0.000 025;

20——密度计的标准温度,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);

t ——测定时的温度,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$)。

4 密度瓶法

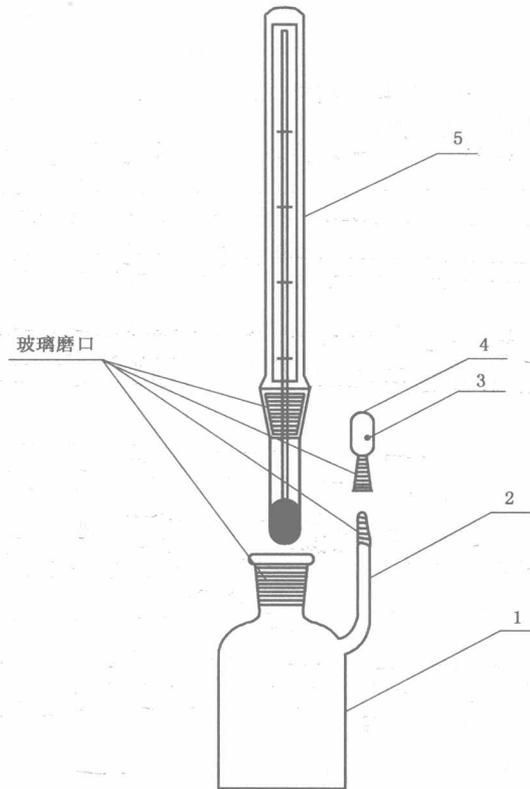
4.1 方法提要

在同一温度下,将密度瓶用蒸馏水标定其体积,然后测定同体积试样的质量以求其密度。

4.2 仪器、设备

4.2.1 分析天平:分度值为 0.1 mg。

- 4.2.2 密度瓶:25 cm³~50 cm³(见图 1)。
- 4.2.3 恒温水浴:温度控制在(20±0.1)℃。
- 4.2.4 温度计:分度值为 0.1 ℃。



- 1——密度瓶主体;
- 2——侧管;
- 3——侧孔;
- 4——侧孔罩;
- 5——温度计。

图 1 密度瓶

4.3 分析步骤

4.3.1 将密度瓶洗净、干燥,带温度计及侧孔罩称量。然后取下温度计及侧孔罩,用新煮沸并冷却至约 20 ℃的蒸馏水充满密度瓶,不得带入气泡,插入温度计,将密度瓶置于(20.0±0.1)℃的恒温水浴中,至密度瓶温度计达到 20 ℃,并使侧管中的液面与侧管管口齐平,立即盖上侧孔罩,取出密度瓶,用滤纸擦干其外壁上的水,立即称量。

4.3.2 将密度瓶的水倒出,洗净、干燥,带温度计及侧孔罩称量。然后用样品代替水重复 4.3.1 的操作。

4.4 分析结果的表述

样品在 20 ℃时的密度以 ρ 计,数值以克每立方厘米(g/cm³)表示,按式(2)计算:

$$\rho = \frac{(m_1 + A)\rho_0}{m_2 + A} \dots\dots\dots(2)$$

$$A = \frac{m_2\rho_a}{0.9970} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_1 ——20 °C时密度瓶与充满密度瓶的样品总质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——20 °C时密度瓶与充满密度瓶的蒸馏水总质量的数值,单位为克(g);

ρ_0 ——20 °C时蒸馏水的密度的数值(=0.998 20),单位为克每立方厘米(g/cm³);

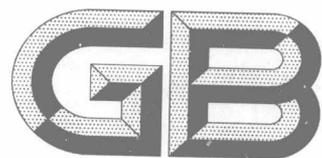
A ——空气浮力校正值,按式(3)计算;

ρ_a ——干燥空气在 20 °C, 101.325 kPa 时的密度的数值($\approx 0.001 2$),以克每立方厘米(g/cm³)表示;

0.997 0——20 °C时蒸馏水与干燥空气密度值之差,以克每立方厘米(g/cm³)表示。

注:一般情况下, A 的影响很小,可忽略不计。





中华人民共和国国家标准

GB/T 22596—2008

水处理剂 铁含量测定方法通则

Water treatment chemicals—General method for determination of iron content

2008-12-23 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:中海油天津化工研究设计院、天津正达科技有限责任公司。

本标准主要起草人:邵宏谦、李琳、朱传俊、白莹。

水处理剂 铁含量测定方法通则

1 范围

本标准规定了水处理剂中铁含量测定方法通则。

本标准适用于所取水处理剂试液中铁含量为 $10\ \mu\text{g}\sim 500\ \mu\text{g}$ 范围内的测定。

2 规范性引用文件

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

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

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

3 方法提要

用抗坏血酸将试液中的 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} 。在 pH 值为 2~9 时， Fe^{2+} 与 1,10-菲啰啉生成橙红色络合物，在分光光度计最大吸收波长(510 nm)处测定其吸光度。

在特定的条件下，络合物在 pH 值为 4~6 时测定。

大量的碱金属、钙、锶、钡、镁、锰(II)、砷(III)、砷(V)、铀(VI)、铅、氯离子、溴离子、碘离子、硫氰酸根、乙酸根、氯酸根、硫酸根、硝酸根、硫离子、偏硼酸根、硒酸根、柠檬酸根、酒石酸根、磷酸根和 100 mg 以下的锆(IV)在试验溶液中，对测定无干扰。如试验溶液中存在柠檬酸根、酒石酸根、磷酸根或大于 100 mg 的磷酸根，显色速度变慢。

4 试剂和材料

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。

试验中所需杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

安全提示：本标准使用的强酸具有腐蚀性，使用时应注意。溅到身上时，用大量水冲洗，避免吸入或接触皮肤。

4.1 盐酸溶液：1+1。

4.2 氨水溶液：1+2。

4.3 过硫酸钾溶液：40 g/L。

4.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH=4.5。

4.5 抗坏血酸溶液：100 g/L。

该溶液使用期为一周。

4.6 1,10-菲啰啉溶液：2 g/L。

4.7 铁标准贮备溶液：0.1 mg/mL。

1 mL 该标准溶液含有 0.100 mg 的铁(Fe)。

4.8 铁标准溶液：20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

移取 50.0 mL 铁标准贮备溶液至 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。
 1 mL 该标准溶液含有 20 μg 的铁(Fe)。
 该溶液现用现配。

5 仪器、设备

分光光度计,带有光程为 1 cm、2 cm、4 cm 或 5 cm 的比色皿。

6 分析步骤

6.1 试液的制备

6.1.1 含有机磷成分的试液的制备

按有关产品标准的规定称取一定量的试样于 100 mL 锥形瓶中,加水至体积不低于 40 mL,用盐酸溶液调至 pH<2,加过硫酸钾溶液 5 mL,置于电加热板上微沸约 40 min,避免煮干,冷却至室温后转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

6.1.2 不含有机磷成分的试液的制备

按有关产品标准的规定称取一定量的试样于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水和 2 mL 盐酸溶液,置于电加热板上微沸约 15 min,冷却后转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

6.2 空白试验

在测定试液的同时,用制备试液的全部试剂和相同量制备空白溶液,稀释至相同体积,移取与测定试液时同样体积的试剂空白溶液进行空白试验。

6.3 校准曲线的绘制

6.3.1 标准比色液的配制

适用于光程为 1 cm、2 cm、4 cm 或 5 cm 比色皿吸光度的测定。

根据试液中预计的铁含量,按照表 1 所指出的范围在一系列 100 mL 容量瓶中,分别加入给定体积的铁标准溶液。

6.3.2 显色

每个容量瓶都按下述规定同时同样处理:

如有必要,用水稀释至约 60 mL,用盐酸溶液调至 pH 为 2(用精密 pH 试纸检查)。加 1 mL 抗坏血酸溶液,然后加 20 mL 缓冲溶液和 5 mL 1,10-菲啰啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置不少于 15 min。

6.3.3 吸光度的测定

选择适当光程的比色皿(见表 1),于最大吸收波长(约 510 nm)处,以水为参比,将分光光度计的吸光度调整到零,进行吸光度测量。若溶液中含有带色离子时不能用水作参比测定,应以和试液相同组分但不加 1,10-菲啰啉溶液当作参比。

表 1

试液中预计的铁含量/μg					
50~500		25~250		10~100	
铁标准溶液(4.7)	对应的铁含量	铁标准溶液(4.7)	对应的铁含量	铁标准溶液(4.7)	对应的铁含量
mL	μg	mL	μg	mL	μg
0	0	0	0	0	0
2.50	50	3.00	60	0.50	10
5.00	100	5.00	100	1.00	20

表 1 (续)

试液中预计的铁含量/ μg					
50~500		25~250		10~100	
铁标准溶液(4.7)	对应的铁含量	铁标准溶液(4.7)	对应的铁含量	铁标准溶液(4.7)	对应的铁含量
mL	μg	mL	μg	mL	μg
10.00	200	7.00	140	2.00	40
15.00	300	9.00	180	3.00	60
20.00	400	11.00	220	4.00	80
25.00	500	13.00	260	5.00	100
比色皿光程/cm					
1		2		4 或 5	

6.3.4 绘制标准曲线

从每个标准比色液的吸光度中减去试剂空白试液的吸光度,以每 100 mL 含 Fe 量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

6.4 测定

6.4.1 显色

取一定量的试液(6.1),其中铁含量不超过 500 μg ,另取同样体积的试剂空白溶液,必要时,加水至 60 mL,用氨水溶液或盐酸溶液调至 pH 值为 2(用精密 pH 试纸检查)。将试液定量转移至 100 mL 的容量瓶内,按 6.3.2 从“加 1 mL 抗坏血酸溶液……”开始进行操作。

6.4.2 吸光度的测定

显色后,按 6.3.3 规定的步骤,测定两个试液(6.4.1)的吸光度。

7 结果计算

由显色后测得的相应的吸光度值从校准曲线(6.3.4)中查得试液和试剂空白溶液中的铁含量。与产品相关的标准将给出合适的最终结果的计算公式。

8 试验报告

试验报告应包括以下部分:

- 样品的鉴定;
- 依据的通用方法和相关产品的标准;
- 结果和表述方法;
- 在测定过程中任何异常情况的提示;
- 在本标准或相关的产品标准中不包括的操作或随意的操作情况。



中华人民共和国国家标准

GB/T 22598—2008

水处理化学品 铅含量测定方法

Water treatment chemicals—Determination of lead content



2008-12-23 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:李琳、邵宏谦、白莹。

水处理化学品 铅含量测定方法

1 范围

本标准规定了水处理化学品中铅含量的方法原子吸收光谱法。

本标准适用于所取水处理化学品试液中铅含量在 $0.5\ \mu\text{g}\sim 9.0\ \mu\text{g}$ 范围内的测定。

2 规范性引用文件

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

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

3 方法提要

向试样中加入硝酸和过氧化氢,使试样中的铅溶解,然后用原子吸收光谱法测定铅含量。

4 试剂和材料

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 中二级水的规定。

试验中所需杂质标准溶液,在没有注明其他要求时,按 GB/T 602 之规定制备。

安全提示:本标准使用的强酸具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

4.1 过氧化氢:优级纯。

4.2 硝酸(优级纯)溶液:1+1。

4.3 硝酸(优级纯)溶液:1+199。

4.4 铅标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

4.5 铅标准溶液:1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

准确移取 5.0 mL 铅标准贮备溶液置于 500 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5 仪器、设备

5.1 原子吸收光谱仪:带有石墨炉控制装置,铅空心阴极灯,氘灯或塞曼背景扣除装置。

5.2 氩气钢瓶。

5.3 20 μL 微量定量取样器。

注:所用玻璃仪器必须用硝酸溶液(4.2)清洗,再以水清洗干净。

6 分析步骤

6.1 试液的制备

按有关产品标准的规定称取一定量的试样置于 250 mL 烧杯中,加水溶解至 100 mL,小心加入 2.0 mL 过氧化氢和 2.0 mL 硝酸溶液(4.2),加热蒸发至溶液体积约为 40 mL,冷却至室温,将溶液完全转移至 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

6.2 校准曲线的绘制

分别移取铅标准溶液 0.0 mL、1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、7.0 mL、9.0 mL 置于 6 个 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,摇匀,其中的铅含量分别为 0.0 μg 、1.0 μg 、3.0 μg 、5.0 μg 、7.0 μg 、9.0 μg 。按仪器说明书,把原子吸收光谱仪的各种条件调至最佳状态。仪器调零后,测定每个标准溶液的吸光度。

石墨炉原子化参数见表 1。

表 1 石墨炉原子化参数

项 目	干 燥	灰 化	原 子 化	清 除
温度/ $^{\circ}\text{C}$	200	600	2 300	2 500
斜坡升温时间/s	20	10	1	1
保持时间/s	10	20	5	2
氩气流量/(mL/min)	300	300	50	300

从每个标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以铅含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

6.3 测定

用与测定标准溶液相同的工作条件测定试液(6.1)的吸光度。同时做空白试验。

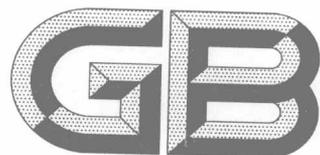
7 结果计算

从试液吸光度中减去空白溶液的吸光度,用所得吸光度从校准曲线上查出相应的铅含量。与产品相关的标准将给出合适的最终结果的计算公式。

8 试验报告

试验报告应包括以下部分:

- a) 样品的鉴定;
- b) 依据的通用方法和相关产品的标准;
- c) 结果和表述方法;
- d) 在测定过程中任何异常情况的提示;
- e) 在本标准或相关的产品标准中不包括的操作或随意的操作情况。



中华人民共和国国家标准

GB/T 22599—2008

水处理化学品 砷含量测定方法

Water treatment chemicals—Determination of arsenic content



2008-12-23 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:李琳、邵宏谦、白莹。

水处理化学品 砷含量测定方法

1 范围

本标准规定了水处理化学品中砷含量的测定方法。

本标准中二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法适用于测定砷含量在 $1\ \mu\text{g}\sim 20\ \mu\text{g}$ (以 As 计)范围内的试液;砷斑法适用于测定砷含量在 $1\ \mu\text{g}\sim 5\ \mu\text{g}$ (以 As 计)范围内的试液。

2 规范性引用文件

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

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

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

3 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

3.1 方法提要

在酸性介质中,用锌还原砷,生成砷化氢(AsH_3),用二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液吸收,生成紫红色可溶性胶态银,在最大吸收波长 $540\ \text{nm}$ 处,测定其吸光度。

3.2 试剂和材料

本方法所用试剂,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。

试验中所需杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

安全提示:本方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,部分操作具有危险性。本方法并未揭示所有可能的安全问题,使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。

3.2.1 无砷锌粒。

3.2.2 碘化钾溶液: $150\ \text{g/L}$ 。

3.2.3 氯化亚锡溶液。

溶解 $40\ \text{g}$ 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)在 $25\ \text{mL}$ 水和 $75\ \text{mL}$ 盐酸的混合液中。

3.2.4 二乙基二硫代氨基甲酸银[Ag(DDTC)]吡啶溶液: $5\ \text{g/L}$ 。

溶解 $1.25\ \text{g}$ 二乙基二硫代氨基甲酸银于吡啶中,并用吡啶稀释至 $250\ \text{mL}$ 棕色容量瓶中,避免光线照射,有效期为两周。

3.2.5 砷标准贮备溶液: $0.1\ \text{mg/mL}$ 。

3.2.6 砷标准溶液: $2.5\ \mu\text{g/mL}$ 。

准确吸取 $2.50\ \text{mL}$ 砷标准贮备溶液置于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

3.2.7 乙酸铅棉花。

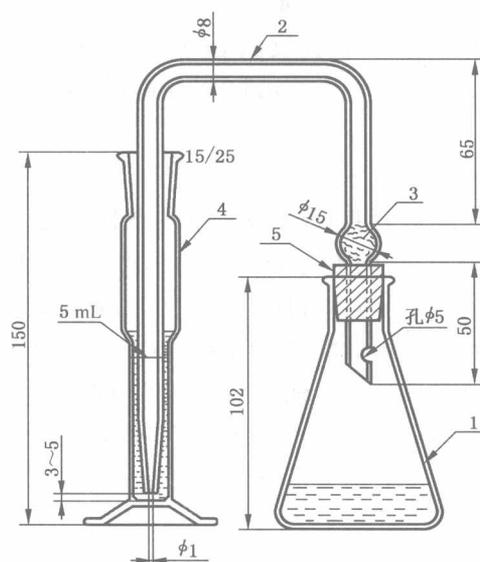
3.3 仪器、设备

测定砷的所有玻璃容器,必须用热的浓硫酸小心洗涤,再以水清洗干净,并完全干燥。

3.3.1 砷试验装置。

砷试验装置,如图 1 所示,或其他经实验证明,在规定的检验条件下,能给出相同结果的砷试验装置。

单位为毫米



- 1——砷化氢发生瓶 100 mL;
- 2——导管;
- 3——乙酸铅棉花;
- 4——砷化氢吸收管(附塞);
- 5——橡胶塞。

图 1 砷试验装置

3.4 分析步骤

3.4.1 试液的制备

按有关产品标准的规定处理试样后,称取一定量的试样于 100 mL 砷化氢发生瓶(图 1 中 1)中,使其中含砷量小于 20 μg ,体积在 30 mL 以下。加 10 mL 盐酸,补充水使其体积为 40 mL,此时溶液酸度约为 3 mol/L。

3.4.2 空白试验

在测定试液的同时,用制备试液的全部试剂和相同量制备空白溶液,稀释至相同体积,移取与测定试液时同样体积的试剂空白溶液进行空白试验。

3.4.3 校准曲线的绘制

3.4.3.1 分别移取砷标准溶液 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL 置于 7 个砷化氢发生瓶(图 1 中 1)中,相应的砷含量分别为 0.0 μg 、2.5 μg 、5.0 μg 、7.5 μg 、10.0 μg 、15.0 μg 、20.0 μg 。

3.4.3.2 于各砷化氢发生瓶中加 10 mL 盐酸和一定量水,使体积约为 40 mL,此时溶液酸度约为 3 mol/L。然后加 2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 15 min。

3.4.3.3 置少量乙酸铅棉花于导管(图1中3)内,以吸收硫化氢,二氧化硫等。移取5.0 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液置于砷化氢吸收管(图1中4)中,按图连接装置,在反应过程中应保持密封。

3.4.3.4 称取5 g 锌粒加入砷化氢发生瓶中,迅速连接好仪器,使反应进行约45 min。移去砷化氢吸收管,充分摇动,使生成的紫红色胶态银与溶液完全混合。

3.4.3.5 用1 cm 吸收池,在波长540 nm处,以水为参比,调节分光光度计的吸光度为零后,测定砷化氢吸收管中各溶液的吸光度。以砷含量(μg)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

3.4.4 测定

于装有40 mL 试液的砷化氢发生瓶中,加入2 mL 碘化钾溶液和2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置15 min。以下按3.4.3规定的操作步骤,从“置少量乙酸铅棉花于导管(图1中3)内,……”开始,测定试液和空白溶液的吸光度。

注:由于吡啶具有恶臭,应在通风柜中进行操作。

3.5 结果计算

从试液吸光度中减去空白溶液的吸光度,用所得吸光度从校准曲线上查出相应的砷含量。

与产品相关的标准将给出合适的最终结果的计算公式。

4 砷斑法

4.1 方法提要

在酸性介质中,用碘化钾和氯化亚锡将 As(V) 还原为 As(III) ,加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使 As(III) 进一步还原为砷化氢。砷化氢气体与溴化汞试纸接触反应,生成的棕黄色色斑深浅与砷浓度成正比,再与同时按同样操作所生成的一系列标准色斑比较,求出试样中砷含量。

4.2 试剂和材料

本方法所用试剂,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。

试验中所需杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 602、GB/T 603之规定制备。

安全提示:本方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,部分操作具有危险性。本方法并未揭示所有可能的安全问题,使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。

4.2.1 无砷锌粒。

4.2.2 碘化钾。

4.2.3 氯化亚锡溶液:400 g/L。

4.2.4 砷标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

4.2.5 砷标准溶液:2.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

同3.2.6。

4.2.6 乙酸铅棉花。

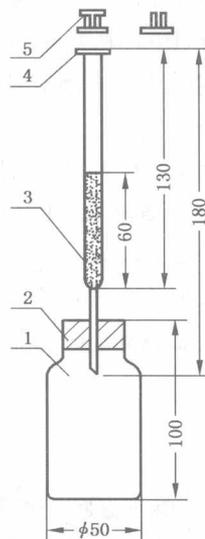
4.2.7 溴化汞试纸。

4.3 仪器、设备

测定砷的所有玻璃容器,必须用热的浓硫酸小心洗涤,再以水清洗干净,并完全干燥。

4.3.1 定砷器

定砷器如图2所示,或其他经实验证明,在规定的检验条件下,能给出相同结果的定砷器。使用时,将溴化汞试纸夹在玻璃管上端管口(图2中4)与玻璃帽(图2中5)中间,用橡皮圈将其固定。



- 1——广口瓶；
 2——胶塞；
 3——玻璃管；
 4——玻璃管上端管口；
 5——玻璃帽。

图 2 定砷器

4.4 分析步骤

4.4.1 取一定量的试液和一系列砷标准溶液 (0.0 mL, 0.5 mL, 1.0 mL, 1.5 mL, 2.0 mL, 相应砷含量为 0.00 μg , 1.25 μg , 2.50 μg , 3.75 μg , 5.00 μg) 分别置于各广口瓶(图 2 中 1)中, 稀释至 70 mL。加 6 mL 盐酸, 摇匀, 然后加入 1 g 碘化钾溶液和 0.2 mL 氯化亚锡溶液, 摇匀, 放置 15 min。

4.4.2 放少量乙酸铅棉花于玻璃管(图 2 中 3)内以吸收硫化氢、二氧化硫等。按仪器要求, 将溴化汞试纸固定。

4.4.3 称取 2.5 g 锌粒到广口瓶中, 迅速按图 2 所示连接好仪器。

4.4.4 使反应在暗处进行 1 h~1.5 h, 取下溴化汞试纸, 以试样的溴化汞试纸颜色与砷标准溶液系列色阶比较, 求出试样中砷含量。

4.5 结果计算

与标准色阶相比较, 测得试液中的砷含量。

与产品相关的标准将给出合适的最终结果的计算公式。

ICS 71.040.01
G 76
备案号: 23731—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2160—2008
代替 HG/T 2160—1991

冷却水动态模拟试验方法

Dynamic simulation method for cooling water

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2160—1991《冷却水动态模拟试验方法》。

本标准与 HG/T 2160—1991 相比,主要变化如下:

- 试验管采用单管,并增大了试验管的直径;
- 对试验装置增加了过程控制系统,提高了试验运行参数精度。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 均为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:光明化工研究设计院、天津化工研究设计院、上海高森水处理有限公司等。

本标准主要起草人:李成国、郭喜民、郭丰祥、张菊芳、邵宏谦。

本标准于 1991 年首次发布。

冷却水动态模拟试验方法

1 范围

本标准规定了敞开式循环冷却水动态模拟试验的适用范围、技术要求、试验方法。

本标准适用于敞开式循环冷却水系统中,金属材料(包括黑色、有色金属)间壁式换热设备在实验室内进行小型动态模拟试验,也适用于中型动态模拟试验。现场监测换热器试验亦可参照使用。

2 规范性引用文件

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 5776—2005 金属和合金在表面海水常规暴露腐蚀和评定的导则
- GB/T 6903—2005 锅炉用水和冷却水分析方法 通则
- GB/T 6904—1986 锅炉用水和冷却水分析方法 pH测定 玻璃电极法
- GB/T 6907—2005 锅炉用水和冷却水分析方法 水样的采集方法
- GB/T 6908—2005 锅炉用水和冷却水分析方法 电导率的测定
- GB/T 6909.1—1986 锅炉用水和冷却水分析方法 硬度的测定 高硬度
- GB/T 6912.1—2006 锅炉用水和冷却水分析方法 硝酸盐和亚硝酸盐的测定 硝酸盐紫外光度法
- GB/T 6912.2—1987 锅炉用水和冷却水分析方法 硝酸盐和亚硝酸盐的测定 亚硝酸盐紫外光度法
- GB/T 6912.3—1986 锅炉用水和冷却水分析方法 硝酸盐和亚硝酸盐的测定 α -萘胺盐酸盐光度法
- GB/T 14640 工业循环冷却水中钾含量的测定 原子吸收光谱法
- GB/T 15451 工业循环冷却水中碱度测定方法
- GB/T 15452—1995 工业循环冷却水中钙、镁离子的测定 EDTA滴定法
- GB/T 15453—1995 工业循环冷却水中氯离子的测定 硝酸银滴定法
- GB/T 15893.2—1995 工业循环冷却水中硫酸盐的测定 重量法
- GB/T 50050 工业循环冷却水处理设计规范
- HG/T 3523 冷却水化学处理标准腐蚀产物分析方法规则
- HG/T 3540 工业循环冷却水中磷含量的测定 钼酸铵分光光度法
- HG/T 3530 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物试样的调查、采取和制备
- HG/T 3531 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中水分含量测定方法
- HG/T 3532 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中硫化亚铁含量测定方法
- HG/T 3533 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中灼烧失重测定方法
- HG/T 3534 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中酸不溶物、磷、铁、铝、钙、镁、锌、铜含量测定方法
- HG/T 3535 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中硫酸盐含量测定方法
- HG/T 3536 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物中二氧化碳含量测定方法
- HG/T 3610 工业循环冷却水污垢和腐蚀产物分析法则

3 方法提要

冷却水动态模拟试验方法是在实验室给定条件下,用常压饱和蒸汽加热模拟换热器,模拟冷却水现场的流速、水质、流态、换热材质,换热强度、冷却水进出口温度、浓缩倍数、pH 值、电导率值、水处理剂添加浓度等主要工艺参数,综合评定水处理剂的缓蚀和阻垢性能,见图 1。

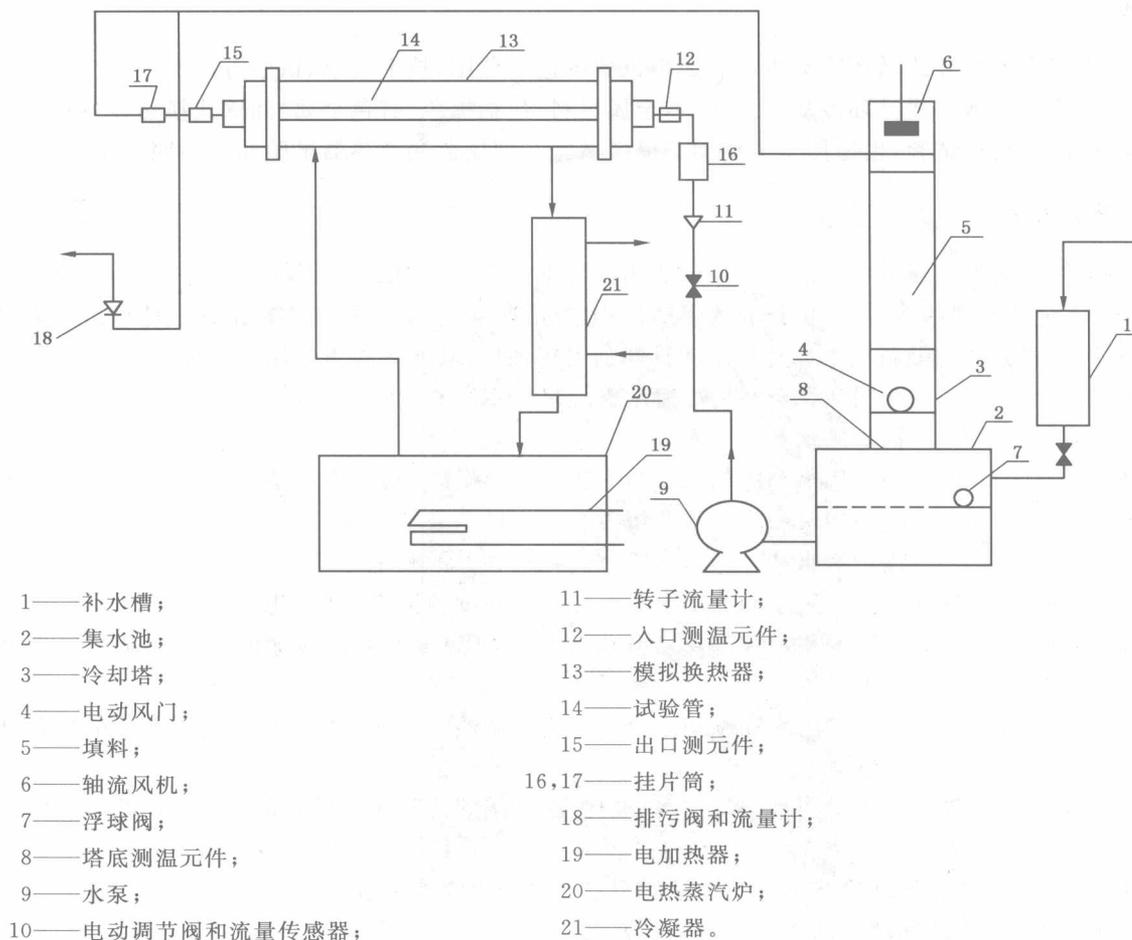


图 1 冷却水动态模拟试验装置流程示意图

4 试验装置

4.1 模拟换热系统

4.1.1 模拟换热器

4.1.1.1 由耐腐蚀的金属材料制造,外壁有良好的保温层。

4.1.1.2 热介质为常压下饱和蒸汽,对于换热强度小的试验,也可以使用热水作为热介质。

4.1.1.3 模拟换热器的有效长度根据试验管长度而定,一般不小于 700 mm。

4.1.2 试验管

4.1.2.1 尺寸:DN 19 mm×2 mm 无缝金属单管组成(也可根据需要采用其他尺寸的试验管)。其长度不小于 630 mm,其有效换热长度不小于 570 mm。

4.1.2.2 材质:20 号优质碳素钢(GB 699—1999)亦可选用与所模拟现场设备相同的金属材料。

4.1.2.3 内壁要求无麻点、裂纹、锈蚀等明显的缺陷,黑色金属试管外壁镀硬铬。

4.1.3 密封接头

材质:聚四氟乙烯或耐温 $>150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的非金属材料。

4.2 冷却塔系统

4.2.1 集水池

4.2.1.1 容积:一般按循环冷却水每小时用量的 $1/3\sim 1/5$ 计算。

4.2.1.2 材质:工程塑料或不锈钢材料。

4.2.1.3 液位应恒定,并能自动控制和加入补充水。

4.2.2 冷却塔

4.2.2.1 尺寸:应根据当地气温、湿度和工艺温差确定。通常直径为 300 mm 、高 $1\ 500\text{ mm}$,填料高度为其塔身的 $3/4$ 左右,冷却降温幅度可达 $10\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.2.2 材质:有机玻璃等工程塑料。

4.2.2.3 填料:聚丙烯多孔球, $\phi 38\text{ mm}$ 。

4.2.3 风机

全封闭轴流防湿风机,通风量不小于 $3\ 700\text{ m}^3/\text{h}$ 。

4.2.4 水泵

一般采用扬程 16 m ,流量 $1.6\text{ m}^3/\text{h}$,耐腐蚀泵。

4.3 常压饱和蒸汽系统

4.3.1 电热蒸汽炉体积: 70 L 。

4.3.2 电热蒸汽炉体材质:耐腐蚀金属材料。

4.3.3 电热蒸汽炉电热棒材质、功率:耐腐蚀金属材料, $15\text{ kW}\cdot\text{A}$ 。

4.3.4 过量蒸汽冷凝器材质:耐腐蚀金属材料。

4.3.5 相应连接管路材质:耐腐蚀金属材料。

4.4 过程控制系统

4.4.1 测温元件:Pt100型铂电阻(分辨率 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$),也可用水银温度计(分度值 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$)。

4.4.2 流量计:可用玻璃转子流量计,最小分度值小于控制值 $\pm 2\%$,安装时应考虑便于拆卸清洗。也可用电子式流量计(如涡流或电磁流量计)。

4.4.3 对于需要调pH值的循环水系统,应具备pH值、电导率值在线检测和控制功能。

4.4.4 循环水系统能自动补水。

4.4.5 过程控制。

4.4.5.1 试验过程中,采用微机控制和处理数据。微机系统自动测控冷却水流量,其精度为流量的 $\pm 1\%$;自动测控模拟换热器入口水温,其精度为 $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$;自动测控冷却水pH值,其精度为 ± 0.2 ;自动测控冷却水电导率值,其精度由工艺条件决定。

4.4.5.2 微机测控系统可显示和记录冷却水瞬时流量、模拟换热器入口水温、出口水温、温差、换热蒸汽温度、pH值、电导率值和瞬时污垢热阻值,及相对应的过程曲线。

4.5 水路系统

管道:耐蚀管材(PPR₁、UPVC或ABS工程塑料管)。

5 试验水质

5.1 试验水质采用实际工况用水,若无法采用时,可根据水中主要成分配水。

5.2 应对配制水主要成分的含量进行分析。

6 试验准备

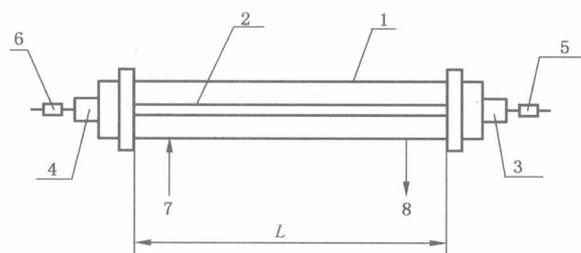
6.1 试验管前处理

6.1.1 选管:根据工艺条件,选择相应的材质、管径。密封好后的试验管其长度不得大于模拟换热器长度。

6.1.2 内表面处理:先用粗砂纸[通常粒度为 60(2 号)]将试验管内坑蚀、点蚀磨平,再用细砂纸[通常粒度为 150(2/0 号)]进一步打磨,然后按 GB/T 5776—2005 附录 A 对试验管进行清洗。

6.1.3 称重:碳钢及低合金钢,称准至 1 mg;耐蚀材料称准至 0.5 mg。如用大口径试验管时,可称准至 5 mg。

6.1.4 装管和测量尺寸:测量模拟换热器内端长度 L (mm)准确到 1 mm,见图 2。将已称过的试验管(4.1.2)与接头(4.1.3)联接。检查联接处是否漏水。



- 1——模拟换热器;
- 2——试验管;
- 3——入口密封接头;
- 4——出口密封接头;
- 5——入口感温件;
- 6——出口感温件;
- 7——换热蒸汽入口;
- 8——换热蒸汽出口。

图 2 模拟换热器内试验管有效传热长度示意图

6.1.5 记录:将试验管的质量、长度、腐蚀面积、传热面积分别记录在附录 A 表 A.3 的表格中。

6.2 仪表的校正

应事先对流量、温度、pH 值、电导率值等计量仪表进行校正。

6.3 清洗

每次试验前用自来水进行系统清洗。需要时亦可用 2% 盐酸溶液(含 1% 六次甲基四胺)进行清洗。清洗时,水走旁路,不经过模拟换热器。

6.4 预膜及水处理剂投加方式

试验管若要预膜时,可待上述 6.1~6.3 工作完毕后,直接一次性投加预膜剂于集水池中。正常运行时,必须均匀的投加水处理剂于集水池中。

7 试验步骤

7.1 开机

每次开机时,必须开启循环水泵,然后再通入蒸汽,停机时应先停蒸汽加热,30 min 后再停水泵。

7.2 清洁管热阻测定

待蒸汽温度、冷却水流量和入口水温已达到规定值,并稳定 2 h~6 h 后,可每隔 15 min~30 min 测量冷却水进出口温度和蒸汽温度共 8 次,测量时应严格地将流量、入口水温、蒸汽温度控制在规定值。用数理统计方法舍去其中异常值,求出其算术平均值。

清洁管热阻以 r 表示,单位为 $\text{m}^2 \cdot ^\circ\text{C}/\text{W}$,按式(1)计算:

$$r = \frac{\pi d_i l \times 3600}{4 \times 186.8 G} \left(\frac{T - t'_{\text{进}}}{t'_{\text{出}} - t'_{\text{进}}} - \frac{1}{2} \right) = \frac{0.86 \pi d_i l}{G} \left(\frac{T - t'_{\text{进}}}{t'_{\text{出}} - t'_{\text{进}}} - \frac{1}{2} \right) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- r ——清洁管热阻,单位为平方米摄氏度每瓦($\text{m}^2 \cdot ^\circ\text{C}/\text{W}$);
- d_i ——试管内径,单位为米(m);
- G ——冷却水流量,单位为千克每小时(kg/h);
- T ——蒸汽温度,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);
- $t'_{\text{进}}$ ——冷却水进口温度,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);
- $t'_{\text{出}}$ ——冷却水出口温度,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);
- 4 186.8——水的热容,单位为焦耳每千克摄氏度[$\text{J}/(\text{kg} \cdot ^\circ\text{C})$];
- l ——试验管有效换热长度,单位为米(m);
- 3 600——从小时换算为秒的数值。

7.3 瞬时污垢热阻测定

测定清洁管热阻 r 后,可每隔 2 h 按 7.2 方法测定瞬时污垢热阻(r_{si}),瞬时污垢热阻以 r_{si} 表示,单位为 $\text{m}^2 \cdot ^\circ\text{C}/\text{W}$,按式(2)计算:

$$r_{\text{si}} = \frac{0.86 \pi d_i L}{G} \left(\frac{T - t_{\text{进}}}{t_{\text{出}} - t_{\text{进}}} - \frac{1}{2} \right) - r \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- G ——冷却水流量,单位为千克每小时(kg/h);
- r ——清洁管热阻,单位为平方米摄氏度每瓦($\text{m}^2 \cdot ^\circ\text{C}/\text{W}$);
- $t_{\text{进}}$ ——冷却水瞬时进口温度,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);
- $t_{\text{出}}$ ——冷却水瞬时出口温度,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);
- T ——蒸汽温度,单位为摄氏度($^\circ\text{C}$);
- d_i ——试管内径,单位为米(m);
- L ——试验管有效换热长度,单位为米(m)。

7.4 浓缩倍数、极限碳酸盐硬度和蒸发量的测定

在不排污情况下,每隔 2 h 按 GB/T 15453、GB/T 14640 和 GB/T 15451 测定氯化物、钾离子和碱度:

- a) 总碱度(M);
- b) 钾离子(无药剂干扰时,亦可选用氯离子);浓缩倍数以 K^+ 计。

7.4.1 浓缩倍数的计算:冷却水中浓缩倍数(N)可按式(3)计算:

$$N = \frac{\rho_{\text{循}}}{\rho_{\text{补}}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $\rho_{\text{循}}$ ——循环冷却水中钾离子的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);
- $\rho_{\text{补}}$ ——补充水中钾离子的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L)。

7.4.2 极限碳酸盐硬度的计算:以 mmol/L 表示的极限碳酸盐硬度(M)按式(4)计算:

$$M = N' - \frac{M'_{\text{循}}}{M'_{\text{补}}} > 0.2 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- N' ——循环冷却水瞬时浓缩倍数;
- $M'_{\text{循}}$ ——循环冷却水瞬时总碱度的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);
- $M'_{\text{补}}$ ——补充水瞬时总碱度的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L)。

当 $M'_{\text{循}}$ 值符合式(4)时,即为极限碳酸盐硬度 M 。

7.4.3 蒸发水量的计算:以 m^3/h 表示的循环冷却水蒸发水量(Q_e)可按附录 C 中 C.2 计算。

7.5 排污水量和补充水量的计算

以 m^3/h 表示的排污水量(Q_b)和补充水量(Q_m)可按附录 C 中 C.3 计算。

7.6 分析测定项目

除钾离子、氯化物和碱度必须测定外,其余化学分析测定项目可根据工艺要求自行决定。

7.7 试验周期

连续试验周期不得少于 15 天,以瞬时污垢热阻值稳定 48 h,不再增长作为试验结束的依据。试验过程中若出现故障,冷却水循环中断次数不得大于 2 次,每次时间不得大于 6 h。

8 试验后处理

8.1 试验结束后,将试验管取下,观察腐蚀和结垢情况,分别测定污垢化学成分,年污垢热阻 r_{si}^* ,污垢沉积率 mcm ,平均垢厚 X ,垢层密度 ρ 和腐蚀率 B ,局部腐蚀深度。

8.2 将试验管一端紧压在橡皮胶板上,另一端用滴定管加入蒸馏水至试验管充满水,量取体积为 V_1 ,将水放出后,试验管在 $105\text{ }^\circ\text{C}$ 鼓风烘箱中干燥至恒量,其质量为 G_2 。

8.3 用不锈钢匙轻刮烘干后管内污垢,按 HG/T 3610、HG/T 3530、HG/T 3531、HG/T 3532、HG/T 3533、HG/T 3534、HG/T 3535、HG/T 3536 方法测定污垢的成分。

8.4 上述试验管再按附录 B 的方法进行处理。

8.5 再按 8.2 方法量取体积并称量,其体积和质量分别为 V_2 和 G_3 。

8.6 将试验管剖开,仔细观察记录腐蚀形貌,典型的试样应进行拍照。

9 结果的计算

9.1 腐蚀

9.1.1 以 mm/a 表示的年腐蚀率(B)按式(5)计算:

$$B = \frac{KG}{ATD} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

K —— 3.65×10^3 ;

G ——试管腐蚀后减少的质量,单位为克(g);

T ——试验时间,单位为天(d);

A ——试管腐蚀面积,单位为平方厘米(cm^2);

D ——金属密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3)(碳钢 7.85,铜 8.94,黄铜 8.65,不锈钢 7.92)。

9.1.2 以 mm 表示的局部腐蚀深度,包括平均深度及最大深度,其测定方法见附录 C.1.3。

9.2 污垢

9.2.1 以 mg/cm^2 表示的污垢沉积率(mcm)按式(6)计算:

$$mcm = \frac{30(G_2 - G_3)}{AT} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

G_2 ——试验管试验后的质量,单位为毫克(mg);

G_3 ——试验管去除污垢后的质量,单位为毫克(mg);

A ——试验管内表面的面积,单位为平方厘米(cm^2);

T ——试验时间,单位为天(d)。

9.2.2 以 $\text{m}^2 \cdot \text{ }^\circ\text{C}/\text{W}$ 表示的年污垢热阻(r_{si}^*)按下列方法测定和计算:

- a) 曲线法:按 7.3 测出的瞬时污垢热阻 r_{si} ,用数理统计方法舍去异常值,以 r_{si} 为纵坐标,相应的时间(d)为横坐标,用微机或人工绘制污垢热阻-时间曲线,然后取图中平滑曲线最高的 r_{si} 值乘 1.1 即为年污垢热阻(r_{si}^*)如图 3 所示。
- b) 两点法:从图 3 中选择既接近平滑曲线又靠近实测曲线的两个点。这两个点必须符合 d_3 (天数) = $2d_1$ (天数),然后按式(7)计算年污垢热阻 r_{si}^* :

$$r_{si}^* = \frac{r_{si}^2(d_1)}{2r_{si}(d_1) - r_{si}(d_3)} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$r_{si}(d_1)$ ——运行 d_1 时间的瞬时污垢热阻,单位为平方米摄氏度每瓦($m^2 \cdot ^\circ C/W$);

$r_{si}(d_3)$ ——运行 d_3 时间的瞬时污垢热阻,单位为平方米摄氏度每瓦($m^2 \cdot ^\circ C/W$)。

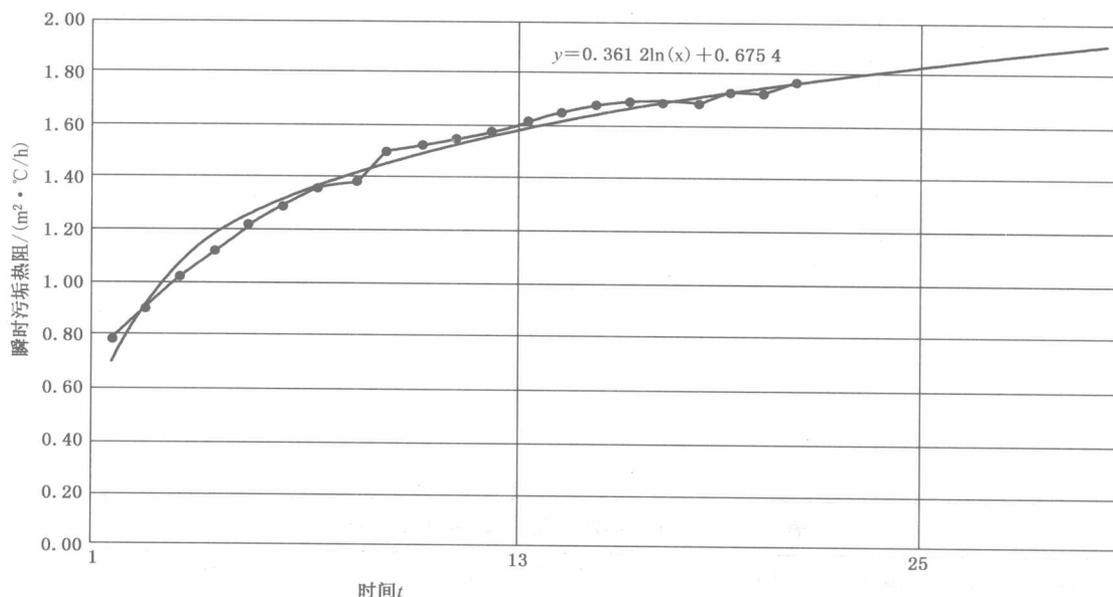


图 3 污垢热阻-时间曲线

- 9.2.3 平均垢厚(X)按附录 C 中 C.1 计算。
- 9.2.4 垢密度(ρ)按附录 C 中 C.2 计算。
- 9.2.5 污垢化学成分按 HG/T 3531、HG/T 3532、HG/T 3533、HG/T 3534、HG/T 3535 和 HG/T 3536 规定的测定方法进行测定。

10 试验报告主要内容

- 10.1 试验管材质、牌号、尺寸和处理方式等。
- 10.2 工艺参数:如浓缩倍数,pH 值,水处理剂含量控制范围,传热面积,冷却水进出口温差,换热强度等。
- 10.3 水质分析。
- 10.4 试验结果。

附录 A
(规范性附录)
记录表格式

表 A.1 水质及水处理剂分析报表 单位为毫克每升(mg/L)

水质成分分析		水处理剂成分分析	
测定项目	含量	测定项目	含量

表 A.2 动态模拟试验原始数据记录表

测定项目 测定时间	蒸汽温度/ ℃	冷却水入口 温度/℃	冷却水出口 温度/℃	温差(Δt)/ ℃	流量/ (kg/h)	浓缩倍数/ N	瞬时污垢热阻/ ($m^2 \cdot ^\circ C / W$)

表 A.3 动态模拟试验原始记录表

测 定 项 目	
预膜条件	
试验管长度 l/m	
试验管腐蚀面积(内径) A/cm^2	
试验管原重 G_1/mg	
试验管试验后重 G_2/mg	
污垢增重($G_2 - G_3$)/ mg	
试验管去污垢后重 G_3/mg	
腐蚀失重($G_1 - G_3$)/ mg	
腐蚀率 $B/(\text{mm}/\text{年})$	
试验管试验后体积 V_1/mL	
试验管去垢后体积 V_2/mL	
体积差($V_2 - V_1$)/ mL	
传热面积 F/m^2	
垢密度 $\rho/(\text{g}/\text{cm}^3)$	
平均垢厚 X/mm	
污垢沉积率 $mcm/[\text{mg}/(\text{cm}^2 \cdot \text{月})]$	
年污垢热阻/ $(\text{m}^2 \cdot ^\circ\text{C}/\text{W})$	

附 录 B

(规范性附录)

试验管内表面后处理方法

B.1 钢

B.1.1 将已刮去大部分污垢和腐蚀产物的试验管,一端紧压在橡皮胶板上,另一端用滴管小心加入盐酸溶液(配制方法:盐酸 500 mL,六次甲基四胺 40 g,加水至 1 L),直至除净污垢和腐蚀产物为止,但不得破坏试验管外镀铬层,并立即用自来水冲洗至中性。

B.1.2 用 80 g/L 氢氧化钠溶液中和,再用自来水冲洗干净。

B.1.3 放入无水乙醇中浸泡 1 min~2 min。

B.1.4 取出后及时用电风吹干,放在干燥器中 1 h 后称重。

B.2 不锈钢

操作步骤同 B.1,但盐酸溶液改用硝酸溶液(配制方法:硝酸 100 mL,加水至 1 L)并在 60 °C 下浸泡 20 min。

B.3 铝和铝合金

操作步骤同 B.1,但盐酸溶液改为磷酸溶液[配制方法:磷酸 50 mL,铬酐(CrO_3) 20 g,加水至 1 L],并在 80 °C~90 °C 下浸泡 10 min。

B.4 铜和铜合金

操作步骤同 B.1,但盐酸溶液改为硫酸溶液(配制方法:900 mL 水加入 100 mL 硫酸混匀)并在室温下浸泡 1 min~3 min。

附录 C

(规范性附录)

试验结果和蒸发水量、补充水量、排污水量的计算

C.1 试验结果的计算

C.1.1 平均垢厚

以 mm 表示平均垢厚(X)按式(C.1)计算

$$X = \frac{D}{2} \left(1 - \sqrt{\frac{V_1}{V_2}} \right) \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

D——去除污垢后的试验管内径,单位为毫米(mm);

V₁——试验后试验管的体积,单位为毫升(mL);V₂——试验管去除污垢后的体积,单位为毫升(mL)。

C.1.2 垢的密度

以 g/cm³ 表示垢的密度(ρ)按式(C.2)计算:

$$\rho = \frac{G_2 - G_1}{V_2 - V_1} \dots\dots\dots (C.2)$$

式中:

G₁——试验后试验管的质量,单位为克(g);G₂——去除污垢后试验管的质量,单位为克(g);V₁——试验后试验管的体积,单位为毫升(mL);V₂——试验管去除污垢后体积,单位为毫升(mL)。

C.1.3 局部腐蚀深度的测定

C.1.3.1 试验管选 5 个最深蚀坑。

C.1.3.2 用玻璃板做标准板(厚度均匀,其公差±0.01 mm,尺寸 80 mm×30 mm)以千分表或点蚀仪进行测定。

C.1.3.3 试验管 5 个最大蚀坑深度平均值为最大坑深值。

C.2 蒸发水量的测定

在系统不排污的情况下,记录补充水槽液位高度(cm)和时间 t₁(h),待补充水槽液位下降至零,对应的时间 t₂(h),以 m³/h 表示的蒸发水量(Q_e)按式(C.3)计算:

$$Q_e = \frac{AH}{10^6(t_2 - t_1)} \dots\dots\dots (C.3)$$

式中:

A——补充水槽面积,单位为平方厘米(cm²);

H——补充水槽高度,单位为厘米(cm);

t₁——开始记录的时间,单位为小时(h);t₂——液位下降至零时记录的时间,单位为小时(h)。

C.3 排污水量和补充水量的计算

以 m³/h 表示的排污水量 Q_b 和补充水量 Q_m 可分别按式(C.4)和式(C.5)计算:

$$Q_m = Q_e \frac{N}{N-1} \dots\dots\dots (C.4)$$

$$Q_b = Q_m - Q_e \dots\dots\dots (C.5)$$

式中：

Q_e ——蒸发水量，单位为立方米每小时(m^3/h)；

N ——循环冷却水浓缩倍数。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2762—2006
代替 HG 2762—1996

水处理剂产品分类和代号命名

Classifying and code nomenclature of water treatment chemicals



2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由 HG 2762—1996《水处理剂产品分类和命名》修订而成。

本标准与 HG 2762—1996 差异为：

——根据我国水处理技术的发展水平，增加了新品种的代号。

本标准自实施之日起代替 HG 2762—1996。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位：天津化工研究设计院、中国石油化工集团公司水处理药剂评定中心、深圳中润水工业技术发展有限公司。

本标准主要起草人：朱传俊、金栋、邵宏谦、李润生。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

本标准于 1996 年首次发布。

水处理剂产品分类和代号命名

1 范围

本标准规定了水处理剂产品分类和代号命名的原则和方法。

本标准适用于水处理剂产品分类、命名的管理工作,也适用于识别水处理剂产品的基本性能。

2 分类和代号

2.1 水处理剂产品以其在水处理过程中的基本用途为基础,分为八大类。

类别代号由两个大写的英文字母组成。两个英文字母分别为类别名称的两个主要汉字的声母组成。

产品类别和代号如表 1。

表 1 产品类别和代号

类别代号	类别名称	类别代号	类别名称
ZF	阻垢分散剂	HN	混凝剂
HS	缓蚀剂	QX	清洗剂
ZH	阻垢缓蚀剂	YM	预膜剂
SS	杀生剂	QT	其他

2.2 在每个类别中,根据产品的化学成分或使用特性,又分为若干系列。系列代号由类别代号和二位阿拉伯数字组成。

2.2.1 阻垢分散剂产品系列和代号如表 2。

表 2 阻垢分散剂产品系列和代号

类别代号	系列代号	产品化学成分
ZF	ZF 10	天然高分子化合物
	ZF 11	有机膦酸及其盐类
	ZF 12	聚羧酸及其盐类
	ZF 13	膦酸类
	ZF 14	羟基膦酸类
	ZF 15	多元醇磷酸酯类
	ZF 16	聚环氧琥珀酸类
	ZF 17	聚天冬氨酸类
	ZF 21	丙烯酸-丙烯酸酯类二元共聚物
	ZF 22	丙烯酸-磺酸钠二元共聚物
	ZF 23	丙烯酸-AMPS 二元共聚物
	ZF 24	丙烯酸-丙烯酰胺二元共聚物
	ZF 25	马来酸-丙烯酸类二元共聚物
	ZF 26	马来酸-乙酸乙烯二元共聚物
	ZF 31	丙烯酸-丙烯酸酯类三元共聚物
	ZF 32	丙烯酸-磺酸钠三元共聚物
	ZF 33	丙烯酸-AMPS 三元共聚物
	ZF 34	丙烯酸-丙烯酰胺三元共聚物
	ZF 35	马来酸-丙烯酸类三元共聚物
	ZF 41	丙烯酸类四元共聚物
	ZF 51	丙烯酸类多元共聚物
ZF 61	其他	

2.2.2 缓蚀剂产品系列和代号如表 3。

表 3 缓蚀剂产品系列和代号

类别代号	系列代号	产品化学成分或使用特性
HS	HS 11	无机化合物类
	HS 12	有机化合物类
	HS 21	无机混合冷却水系统缓蚀剂
	HS 22	有机混合冷却水系统缓蚀剂
	HS 31	无机、有机混合冷却水系统缓蚀剂
	HS 41	无机混合酸洗缓蚀剂
	HS 42	有机混合酸洗缓蚀剂
	HS 43	无机、有机混合酸洗缓蚀剂
	HS 51	其他

2.2.3 阻垢缓蚀剂产品系列和代号如表 4。

表 4 阻垢缓蚀剂产品系列和代号

类别代号	系列代号	产品化学成分
ZH	ZH 21	聚磷酸盐、聚羧酸(盐)
	ZH 22	聚磷酸盐、共聚物
	ZH 23	有机膦酸、聚羧酸(盐)
	ZH 24	有机膦酸、共聚物
	ZH 25	钨酸盐、聚羧酸
	ZH 31	聚磷酸盐、聚羧酸(盐)、锌盐
	ZH 32	聚磷酸盐、共聚物、锌盐
	ZH 33	有机膦酸、聚羧酸(盐)、锌盐
	ZH 34	有机膦酸、共聚物、锌盐
	ZH 35	有机膦酸、共聚物、聚羧酸盐
	ZH 36	有机膦酸、聚磷酸盐、共聚物
	ZH 37	有机膦酸、共聚物、噻唑类
	ZH 38	多元醇磷酸酯、磺化木质素、锌盐
	ZH 39	膦羧酸、共聚物、有机膦酸
	ZH 41	有机膦酸、聚羧酸、聚磷酸盐、锌盐
	ZH 42	磷酸酯、木质素、共聚物、噻唑类
	ZH 43	钼酸盐、膦羧酸、共聚物、锌盐
	ZH 44	有机膦酸、共聚物、噻唑类、锌盐
	ZH 51	聚羧酸、有机膦酸、聚磷酸盐、锌盐、噻唑类
	ZH 52	钼酸盐、噻唑类、聚磷酸盐、有机膦酸、锌盐

2.2.4 杀生剂产品系列和代号如表 5。

表 5 杀生剂产品系列和代号

类别代号	系列代号	产品化学成分
SS	SS 11	无机氧化性物质
	SS 12	有机氧化性物质
	SS 21	两性化合物
	SS 31	季铵盐类
	SS 32	聚季铵盐类
	SS 33	双季铵盐
	SS 34	其他铵盐类
	SS 41	非氧化性有机卤化物
	SS 51	阴离子型
	SS 52	醛类
	SS 53	有机硫类
	SS 61	季磷盐类
	SS 71	其他

2.2.5 混凝剂产品系列和代号如表 6。

表 6 混凝剂产品系列和代号

类别代号	系列代号	产品化学成分
HN	HN 10	天然高分子化合物
	HN 21	无机铝盐
	HN 22	无机铁盐
	HN 31	无机复合类
	HN 32	有机无机复合类
	HN 41	阳离子型高分子化合物
	HN 42	阴离子型高分子化合物
	HN 43	非离子型高分子化合物
	HN 44	两性高分子化合物
	HN 51	生物絮凝剂
	HN 61	其他

2.2.6 清洗剂产品系列和代号如表 7。

表 7 清洗剂产品系列和代号

类别代号	系列代号	产品使用特性
QX	QX 11	除油污型
	QX 21	除锈、除垢型
	QX 31	除黏泥型
	QX 41	预膜前清洗
	QX 51	其他

2.2.7 预膜剂产品系列和代号如表 8。

表 8 预膜剂产品系列和代号

类别代号	系列代号	产品化学成分
YM	YM 11	聚磷酸盐、非离子型表面活性剂
	YM 21	聚磷酸盐、锌盐
	YM 31	螯合剂、锌盐
	YM 41	氧化性无机化合物
	YM 51	有机化合物、锌盐
	YM 61	其他

2.2.8 其他类产品系列和代号如表 9

表 9 其他类产品系列和代号

类别代号	系列代号	产品使用特性
QT	QT 11	消泡剂
	QT 21	氯增效剂
	QT 31	pH 调节剂
	QT 41	脱氧剂
	QT 51	螯合剂
	QT 61	其他

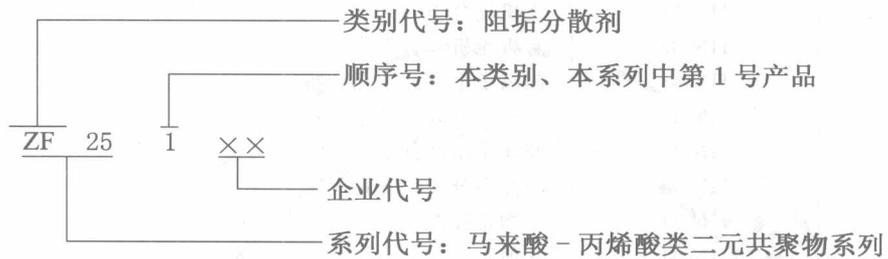
2.3 凡本规则未归纳的产品系列,其系列代号由化工行业水处理药剂产品标准化技术归口单位(以下简称归口单位)确定。

3 命名和代号

3.1 水处理剂产品一般以代号命名。

- 3.2 水处理剂产品的代号由类别代号、系列代号、顺序号和企业代号组成。
- 3.2.1 类别代号为两个大写英文字母,分别是类别名称的两个主要汉字的声母(见表1)。
- 3.2.2 系列代号由类别代号和两位阿拉伯数字组成(见表2~表9)。
- 3.2.3 顺序号由一位阿拉伯数字组成,作为个位数排在系列代号的后面。
- 3.2.4 企业代号由两个汉语拼音声母组成,分别是生产企业的厂名或商标的两个主要汉字的声母。

命名示例:



产品原名称: 马-丙共聚物

产品现名称: ZF 251 XX

- 3.3 由单剂构成的水处理剂产品可以不使用本标准规定的代号,而使用该产品的化学名称。

4 命名手续

- 4.1 凡批量生产的水处理剂产品,均应按本规则的规定进行命名。
- 4.2 由生产单位向归口单位提出产品命名申请,并报送说明产品类别和系列的材料。
- 4.3 归口单位对所报材料进行审查、确认后,予以正式命名,同时以公文形式通知申请单位并报有关主管部门备案。
- 4.4 企业代号由企业提出并报归口单位备案。当企业之间的代号发生冲突时,该代号由先备案者使用。
- 4.5 未经归口单位正式命名的产品,其他任何单位不得按本规则方法自行套用。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3523—2008
代替 HG/T 3523—1983

冷却水化学处理标准腐蚀 试片技术条件

Technical conditions of standard corrosion spool of
chemical treatment in cooling water

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准代替 HG/T 3523—1983《冷却水化学处理标准腐蚀试片技术条件》。

本标准与 HG/T 3523—1983 相比,主要变化如下:

- 增加了试片的种类;
- 将附录 A 的内容编入标准中。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:中石化水处理药剂评定中心、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:金栋、朱传俊、邵宏谦。

本标准于 1983 年首次发布。

冷却水化学处理标准腐蚀试片技术条件

本技术条件包括试片的规格、加工、封装保存、启封清洗。试片可适用于冷却水现场和实验室失重法腐蚀试片。

1 试片规格

1.1 材料

普通碳素钢 A3(GB 708)厚度为 3 mm~4 mm 的热轧钢板、铜和铜合金、铝及不锈钢等。

1.2 取材

试片平面平行于钢板轧制面取材。

1.3 形状尺寸

1.3.1 I 型试片如图 1。

长×宽×厚 $(50.0\pm 0.1)\text{mm}\times(25.0\pm 0.1)\text{mm}\times(2.0\pm 0.1)\text{mm}$,光洁度全部 $\nabla 7$ 。

挂孔 $\phi(4.0\pm 0.1)\text{mm}$,光洁度 $\nabla 4$ 。

试片总面积 28.00cm^2 。

1.3.2 II 型试片如图 2。

长×宽×厚 $(72.4\pm 0.1)\text{mm}\times(11.5\pm 0.1)\text{mm}\times(2.0\pm 0.1)\text{mm}$,光洁度全部 $\nabla 7$ 。

挂孔 $\phi(4.0\pm 0.1)\text{mm}$,光洁度 $\nabla 4$ 。

试片总面积 20.00cm^2 。

在实验条件许可下,尽可能采用试片尺寸。

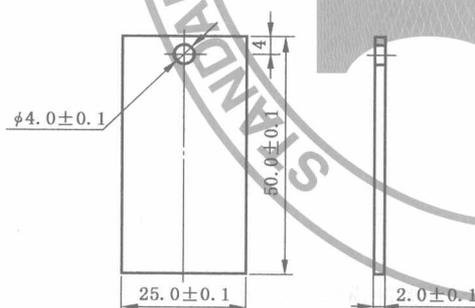


图 1 I 型试片

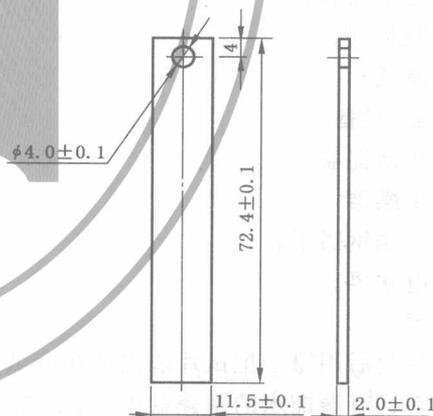


图 2 II 型试片

1.4 加工程序

1.4.1 由整块钢板上取下的大料要在刨床上刨去四周的热影响区 15 mm~20 mm。

1.4.2 经刨、铣、钻、磨四个工序,加工到规定的光洁度及尺寸(若用冲、剪加工要除去剪切区 3 mm)。

1.4.3 磨平面后,棱角处、挂孔圆周会产生毛刺,必须除去。

1.5 试片外观要求

1.5.1 试片表面不能有划痕、凹坑、锈斑。挂孔内不能有锈斑。

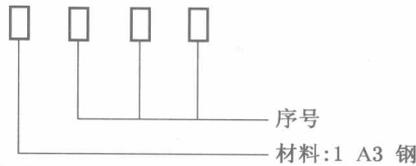
1.5.2 棱角及挂孔不能有毛刺行。

1.5.3 尺寸、表面光洁度应符合要求。

2 封装

2.1 打钢号

在合格试片的下端打上字身高度为 1.6 mm 的数码钢号。试片编号采用四位数字表示,第一位表示试片材料,后三位表示试片序号。



例如:“1045”表示 A3 钢第 45 号。

2.2 除油

2.2.1 用棉纱粗除油。

2.2.2 在化学纯丙酮中用脱脂棉擦洗两遍,冷风吹干(每遍用 50 mL 丙酮/每 10 片)。

2.3 包装

2.3.1 用航空防锈纸包装。

2.3.2 每片全接触裹包,每 10 片为一袋,附上包装标志及使用说明,用塑料袋密封。

包装标志内容包括:规格、材料、试片面积、数量、编号、包装日期、有效日期、材料的化学组成、制造单位。

3 启封清洗

3.1 试剂和材料

3.1.1 无水乙醇。

3.1.2 脱脂棉。

3.1.3 滤纸。

3.2 仪器、设备

3.2.1 小搪瓷盆。

3.2.2 干燥器。

3.2.3 不锈钢镊子。

3.2.4 电吹风。

3.3 步骤

3.3.1 启封后用镊子把试片取出放在滤纸上。

3.3.2 在盛有蒸馏水的搪瓷盆中,用脱脂棉擦洗一遍,再用蒸馏水冲洗 15 s。

3.3.3 立即置于无水乙醇中,用脱脂棉擦洗两遍(每遍用无水乙醇 50 mL/每 10 片)。

3.3.4 置干净滤纸上,冷风吹干。

3.3.5 用滤纸包好,置干燥器中,24 h 后称量待用。

4 贮运

4.1 贮存

按材料的规格分类,置于无强腐蚀气体处,防潮存放,不得破损塑料袋。

用户已启封而尚未使用的试片,仍置于防锈纸和塑料袋中,放在干燥器内。

4.2 运输

按需求量装箱(木箱或纸箱),箱内用纸或泡沫塑料块衬好,以防塑料袋破损。

5 试片有效期

自包装日起一年半。超过此期限,试片如无锈斑,仍可继续使用。

6 其他

本技术条件中的各项也适用于材料为 A3 钢、20 号碳钢、铜及铜合金、铝的试片。

不锈钢(1Cr18Ni9Ti)试片的尺寸、加工可参照本技术条件中的有关项,其包装采用普通滤纸,启封后可以不清洗。

ICS 19.020
G 76
备案号: 16297—2005

HG/T
2005—2005

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3778—2005

冷却水系统化学清洗、预膜处理技术规则

Technical regulations for chemical cleaning
and prefilming of cooling water system

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

冷却水系统的化学清洗、预膜是冷却水化学处理的一个组成部分。本标准参考了国内外相关标准并依进行化学清洗、预膜时的实际要求而定。

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位:宝山钢铁股份有限公司、上海未来企业有限公司、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:张宜莓、刘昕、朱传俊、朱贻钧、陆军。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC63/SC5)负责解释。

冷却水系统化学清洗、预膜处理技术规则

1 范围

本规则适用于冷却水系统因结垢、锈蚀和生物污垢等水质障碍而致使水冷却设备热交换效率下降,影响生产产量、质量时,生产装置在正常运行情况下,对冷却水系统进行化学清洗、预膜,特别适用于长期运行而无法停车检修的冷却水系统的清洗,解除垢、锈、生物污垢等障碍,达到改善或基本恢复热交换设备的传热效率;也适用于新建或大检修后冷却水系统开、停车化学清洗;以及大、中型中央空调运行中不停车化学清洗、预膜。预膜处理还适用于冷却水系统低 pH 事故后的补膜处理。

2 规范性引用文件

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 15452 工业循环冷却水中钙、镁离子的测定 EDTA 滴定法
- GB/T 15893.1 工业循环冷却水中浊度测定 散射光法
- GB/T 15893.2 工业循环冷却水中 pH 值的测定 电位法
- GB 50050 工业循环冷却水处理设计规范
- HG/T 2387 工业设备化学清洗质量标准
- HG/T 3523 冷却水化学处理标准腐蚀试片技术条件
- HG/T 3539 工业循环冷却水中铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法
- HG/T 3540 工业循环冷却水中磷含量的测定 钼酸铵分光光度法
- JB/T 6074 腐蚀试样的制备、清洗和评定

3 术语

3.1

冷却水系统化学清洗 on line chemical cleaning of cooling water system

冷却水系统在带热负荷或冷态运行状态下,在冷却水中投加化学清洗剂,清除因垢、锈和生物污垢等引起热交换设备效率下降障碍的清洗。

3.2

预膜 prefilming

在冷却水中投加预膜剂,在带热负荷或冷态运行的状态下迅速使水冷设备和管网金属表面生成一层保护膜。

3.3

保有水量 holding water capacity of the cooling water system

冷却水系统保有水量包括冷却塔水池、旁滤池、集水池、循环水管道、热交换设备等的总容积。

3.4

置换 replacement

冷却水系统在化学清洗过程中,用大排污、大补水方法,以清洁的补充水逐步将化学清洗下的污水或高浓度预膜液排出系统的过程。

3.5

化学清洗剂 chemical cleaning agent

投加入冷却水系统中为清除冷却水系统中结垢、锈蚀、生物污垢等障碍物的化学药品。

4 冷却水系统化学清洗、预膜前的准备

4.1 化学清洗时间的选择

- a) 新装置投运前。
- b) 生产装置由于冷却水化学处理效果不能满足生产工艺要求,影响产量、质量时。
- c) 冷却水系统大修后。
- d) 冷却水系统发生突发事故后。

4.2 化学清洗的方案制订

冷却水系统在明确需要不停车化学清洗、预膜后,在调查研究基础上,针对系统存在问题,应制订一个以确保生产装置安全运行为重点,考虑周到,操作性强,行之有效的化学清洗、预膜方案。

制订方案时应做到:

- a) 了解该系统运行工况,包括循环水量,保有水量,补、排污水量,冷却水温差及其变化,浓缩倍数等运行参数;主要换热设备材质、结构、热负荷等,以及在安全方面需特别注意的要点(参见表 B.1)。
- b) 该装置的循环水和补充水水质情况(参见表 B.2),缓蚀阻垢剂和杀菌剂使用情况,参阅近一两年的水质月报。
- c) 参阅近两年该系统水冷设备垢样分析报告(参见表 B.3),特别是换热效果下降的和代表性换热设备最近的垢样分析报告。
- d) 观察冷却水现场运行状况,冷却塔的布水器、淋水填料等菌藻繁殖情况,风机、水泵运行状况等现场情况。
- e) 观察换热效果下降的和代表性换热设备运行情况,若有备台或条件允许时,应拆检代表性换热设备,观察内部生成的污垢情况,并拍照和取样分析。
- f) 通过垢样分析,确定清洗重点;通过清洗预备试验,确定清洗主剂、清洗助剂,以及清洗强度和清洗时间等参数。
- g) 在无法得到垢样时,参照最近一两次大检修垢样分析报告和最近几个月至一年水质月报数据和现场情况,参照以往类似装置清洗的经验,判断该系统清洗重点,确定清洗主剂和助剂品种、数量、清洗时间等参数。
- h) 新系统进行开车前化学清洗时应了解系统的工艺参数、施工进度、水冲洗等情况。

4.3 化学清洗、预膜前的准备工作

4.3.1 方案确认,服务方按照 4.2 要求,制订方案后,应向委托方进行技术交底,取得委托方认可后方可实施,再由委托方根据生产情况和清洗准备情况安排具体实施时间。

4.3.2 委托方的清洗准备工作

- a) 委托方按照清洗方案要求,对冷却水系统加药装置、加酸装置、排污阀门、补充水阀门、在线 pH 仪表、流量计等逐一确认,应能满足清洗时加药、加酸、排污和补水需要,若不能满足,应采取临时增加补充水、排污措施,加药加酸设备等。
- b) 委托方安排 1~2 位熟悉冷却水处理和生产工艺的技术人员和服务方人员一起协调解决清洗过程中出现的各种问题。
- c) 委托方安排好冷却水操作人员,按照方案要求在对口技术人员指令下,配合清洗过程,进行冷却水量调节,补水、排水工作,以及使用冷却水系统的加药、加酸装置,加药、加酸时的操作。
- d) 冷却水系统中有电导仪和 pH 计等在线连锁装置时,在化学清洗、预膜过程中应放在手动位置。

e) 在清洗过程中,委托方应安排检修人员对设备加强巡回检查工作,特别是在低 pH 阶段;以及一些在清洗中需要特别关注部位的定时定员观察,发生异常情况时有解决措施和材料准备。

f) 对于新投运的设备和生产装置,特别注意三通和弯头等部位的砂眼,对施工环境相对恶劣部位的焊缝要注意虚焊等施工缺陷。

g) 安排安全专职人员在清洗全过程中做好安全监督和检查工作。

4.3.3 服务方准备工作

a) 服务方清洗人员在清洗前应熟悉现场,确认加药、加酸泵能否满足清洗要求,对加药点、加酸点、药品堆放等是否合理进行检查,和委托方一起确定监测挂片和取样口地点。

b) 设立临时化学清洗分析室,配制标准试剂,调试分析仪器,按照方案分析项目和频率要求安排好分析人员。安装调试自备加药、加酸设备,在清洗前一天呈待命工作状态。

c) 服务方应安排好加药人员。若需人工加药或使用自备加药泵时能按方案要求按时按量投入冷却水中,若用冷却水系统的加药加酸泵时,加药人员应配合做好药剂搬运工作,协助操作工按时按量加入冷却水中。

d) 服务方工程负责人应安排好清洗安全工作,督促所有服务人员遵守清洗安全规程和委托方的各项规章制度;服务方全体施工人员施工前应接受委托方安全部门的安全教育。

e) 在上述各项准备工作完成后,接委托方开始清洗指令后,即按清洗方案步骤实施清洗。

5 化学清洗步骤

5.1 水冲洗

新装置水冲洗时应不上冷却塔,不进水冷器。若不能循环,应安装临时管线。采用边排污、边补水的方式,冲洗至浊度 <30 NTU后,再上冷却塔,进水冷器,继续采取边排污、边补水方式连续冲洗,至浊度 <20 NTU为止。必要时系统排空、清池。

5.2 脱脂处理

适用于新建或大修后冷却水装置开车,水洗至浊度 <20 NTU后,加入脱脂清洗剂,进行脱脂清洗,清洗过程中监测水中浊度并维持 $2\text{h}\sim 4\text{h}$ 不变或有下降时,即为脱脂清洗终点。置换水至浊度 <30 NTU。

5.3 黏泥剥离处理

适用于冷却水系统因生物污垢等障碍影响水冷设备热交换效果、生产装置开车后或清洗后不久系统发生物料泄漏而产生大量菌藻繁殖,影响水冷设备热交换效果时。

a) 黏泥剥离剂种类

氧化性杀菌剂和非氧化性杀菌剂。

b) 黏泥剥离清洗辅助剂

配合氧化性杀菌剥离剂的辅助剂有清洗缓蚀剂等。

配合非氧化性杀菌剥离剂(表面活性剂)辅助剂有消泡剂、渗透剂等。

辅助剂不可和杀菌剂产生拮抗作用。

c) 杀菌剥离清洗终点判定,以水中浊度达到最高并维持 $2\text{h}\sim 4\text{h}$ 或有下降趋势时即为黏泥剥离清洗终点。

d) 置换至浊度 <20 NTU。

5.4 除垢清洗

a) 杀菌剥离清洗后,置换至浊度 <20 NTU,冷却水系统中投加以除垢为目的的化学清洗剂,并按清洗要求,降低或提高 pH,在冷却水运行温度下清洗。

b) 除垢清洗剂按清洗方案确认的浓度投加。

c) 清洗时的 pH 控制范围应根据服务方清洗剂的特点,控制在最佳范围内。

d) 除垢清洗辅助剂

清洗缓蚀剂:碳钢缓蚀剂、铜缓蚀剂。

消泡剂。

e) 除垢清洗终点判断:在冷却水 pH 维持不变的情况下,冷却水的钙硬度或总硬度维持 2 h 不变或下降时,即为除垢清洗终点。

f) 置换至冷却水水质符合下一步清洗要求时停止置换。

5.5 除锈处理

a) 除锈清洗剂按清洗方案确定的浓度投加。

b) 选用的除锈剂如和除垢清洗剂产生拮抗作用,应适当排污置换后再投加除锈剂。

c) 除锈处理时,依据实验室试验和现场经验,在除锈清洗剂基础上,再适量增加清洗辅助剂,如清洗缓蚀剂、消泡剂、渗透剂、分散剂等以增加清洗效果和控制在金属腐蚀速率和抑制泡沫产生。

d) 除锈处理终点判定,在清洗方案工艺条件下,水中总铁、浊度、 Ca^{2+} 达到稳定趋向平稳,且 2 h ~4 h 不再升高或出现下降时,即可认为清洗已达到终点。

e) 置换至预膜允许的水质条件。

6 系统预膜

6.1 开路系统的预膜

6.1.1 预膜处理的时机

a) 新装置开车时。

b) 系统化学清洗后。

c) 大修后开车。

d) 系统停车 72 h 以上,未进行保膜处理的。

e) 系统物料泄漏造成冷却水 pH 变化时。

6.1.2 预膜基本条件

a) 一个清洁、活化的金属表面。

b) 有足够的溶解氧。

c) 冷却水浊度 <10 NTU。

d) 总铁含量 <2 mg/L。

e) 合理的预膜方案。

f) 适宜的 pH 控制范围。

6.1.3 预膜实施

a) 分析水中浊度、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等金属离子。

b) 水质符合基本要求后,按方案投加预膜剂,并分析水中预膜剂应达到预膜方案要求,并调节冷却水 pH 至工艺要求范围。

c) 预膜过程中分析浊度,当浊度 >20 NTU 时应投加预膜辅助剂,降低浊度至 <20 NTU,确保预膜正常进行。

d) 为了防止产生结垢,热态预膜剂量比冷态预膜时剂量低,热态预膜过程较长,循环水在运行中有各种损耗,为了保证热态预膜,必须定时分析预膜剂浓度并及时补足剂量,确保热态预膜正常进行。

e) 预膜终点确认,以预膜剂投入后,pH 调节至工艺范围,挂入三块按 HG/T 3523 处理过的 20# 碳钢监测挂片,预膜过程中,经常观察监测挂片,当监测挂片上出现明显蓝紫色色晕时即为预膜终点。

6.2 闭路系统预膜

对于闭路循环系统而言,化学清洗后用提高正常运行缓蚀剂浓度的方法进行基础投加处理。

基础投加的基本条件:

- a) 有一个干净活泼的金属表面。
- b) 浊度 <20 NTU。
- c) 和基础投加药剂相适应的 pH 范围。
- d) 基础投加后如系统水质符合运行条件可不置换,直接转入正常运行处理。

7 转入正常运行

- 置换至冷却水水质符合正常运行水质。
- 按照正常运行工艺控制上限投入所需的水质稳定剂。
- 若是碱性运行药剂,当药剂投入后,水中碱度离工艺要求较大,可以用 Na_2CO_3 或者 NaHCO_3 进行适当调节,使之尽快达到工艺要求范围。

8 化学清洗、预膜处理时水质分析项目及频率

根据表 1 中所提供的分析项目及频率按 GB/T 15452、GB/T 15893.1、GB/T 15893.2、HG/T 3539、HG/T 3540 进行分析,并填写分析记录单(参见表 B.4)。

表 1 化学清洗、预膜处理时水质分析项目及频率

工序	浊度	总铁	Ca^{2+}	pH	药剂浓度	总碱度
水洗	4 h	4 h				
脱脂清洗	4 h					
置换	4 h					
化学清洗	2 h	2 h	2 h	2 h	2 h	调 pH 时
置换	4 h	4 h				
预膜	4 h		4h	4h	4h	
基础投加	4					
置换	4h				4h	4h
(转入日常运行)						

9 化学清洗、预膜处理的验收

- 代表性换热设备若在运行时可以具备解体条件的,可观察和记录垢、锈、黏泥情况,照相,清洗后再检查并照相对比。
- 代表性换热设备有流量,温度显示和记录时,可以以温度和流量变化来观察清洗效果,若清洗前后换热设备运行工艺不变(即进出口流量、压力恒定)时,物料温差应上升 1°C 以上,冷却水温差应上升 0.5°C 以上。
- 清洗过程中监测挂片(20# 碳钢)腐蚀速率 $\leq 3 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ 。不锈钢、铜材试片的腐蚀速率 $\leq 0.5 \text{ g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$ 。
- 冷却塔壁上所长的菌藻部位(水流能流到,流速 $>0.5 \text{ m/s}$ 以上),经化学清洗后,80%应被清洗掉。
- 碳钢挂片上无明显的镀铜现象。
- 委托方和服务方共同商定的其他技术要求。
- 经磷系、钼系药剂预膜后,监测挂片上应有明显的蓝紫色色晕,膜对硫酸铜溶液滴液反应色变时间差应 $\geq 10 \text{ s}$ 。
- 清洗预膜后的冷却水须调至 pH 6~9 的范围内才能排放。

10 清洗方案效果试验

根据现场实际情况,对编制的化学清洗、预膜方案进行认证,包括除油脱脂试验、除垢试验、除锈试验、密封件耐腐蚀试验等试验,也可根据现场实际情况和委托方的其他要求进行试验。现推荐以下几种试验方法。

10.1 除油试验

按 GB/T 6070 在一个 2 000 mL 烧杯中,加入除油脱脂清洗剂,烧杯放入旋转挂片腐蚀试验仪中,控制恒温(35±1)℃。三片 20# 碳钢(I型),新挂片按 HG/T 3523 要求处理,浸入 20# 润滑油 10 s,取出悬空挂置,沥去多余润滑油至不滴为止。然后挂在旋转挂片仪的挂片架上,旋转速度 75 r/min。清洗 24 h,取出,挂片表面应可覆盖一层水膜,按水膜的大小和均匀程度判断除油效果。

10.2 除垢试验

a) 试验材料:取三片 20# 碳钢(I型)新挂片,一段 φ20 mm 直径的内部结垢厚度>2 mm 的管道(长度 400 mm~500 mm)。

b) 将试验管的一端用闷头堵上,向试验管中缓慢加入工业水,直至水加满。

c) 记录试验管中加入水的体积 V_1 ,精确到 0.1 mL。

d) 将试验管中的水倒出,重新加入预先按清洗方案配制好的清洗液,浸泡 24 h~48 h。

e) 倒出清洗液,重新向试验管中缓慢加入工业水,并记录加满后的水的体积 V_2 。

f) 按照试验管的直径和长度,计算出试验管的实际体积 V_0 。

g) 清洗率的计算 $M=(V_2-V_1)/(V_0-V_1)$,清洗率应大于 90%。

h) 在试验管试验中,同时做新试片的腐蚀速率试验。

10.3 除锈试验

取三块 20# 新挂片,浸入水中 3 d,然后取出置于室内 3 d,让其表面生成一层均匀的锈蚀面。另取三块新挂片按 HG/T 3523 要求处理,挂在旋转腐蚀仪的挂片架上,然后分别置于两只 200 mL 盛有除锈清洗剂的烧杯中,旋转速度为 75 r/min,温度(35±1)℃下清洗 24 h~48 h,取出观察,锈蚀挂片 85%~90% 表面积应露出金属本色,同时新的挂片腐蚀速率应<3 g/(m²·h)。

除锈试验的步骤可按清洗方案的要求,控制 pH、清洗剂浓度、药剂投加顺序。

经以上试验后,腐蚀率、除垢率应符合方案要求,同时能满足委托方的其他要求。

10.4 预膜试验

10.4.1 预膜方法

取 3~6 块 20# 碳钢(I型)新挂片,按 HG/T 3523 要求处理,然后浸入已配好的 500 mL 预膜液中,预膜液温度控制在(25±1)℃,并进行微量充空气,预膜 48 h。取出,挂片上应有明显的蓝紫色色晕。

10.4.2 效果检验

a) 试膜液配制:用 15.0 g 氯化钠和 5.0 g 硫酸铜(CuSO₄·5H₂O)溶于 100 mL 蒸馏水中,摇匀备用。

b) 将试膜液滴在挂片蓝紫色色晕明显的部位,膜对硫酸铜试膜液反应变色时间差应≥10 s。

附录 A
(规范性附录)
化学清洗、预膜安全操作规程

- A.1 方案确认后,应建立相应指挥系统,明确分工、各负其责,实行统一计划、统一管理、统一指挥。
- A.2 方案确认后须制定施工进度表、施工方案,确定施工负责人,制定安全措施及验收标准。
- A.3 施工进度和施工方案编写完毕后,必须得到委托方有关部门的认可,做好技术交底工作后方可实施。
- A.4 施工负责人应对施工时所有仪器、设备、分析试剂认真检查,做好各项安全检查工作。
- A.5 施工人员须受到委托方的安全教育后,方可进行施工。
- A.6 施工人员进入现场应穿戴好工作服、安全帽、防护手套等。
- A.7 施工中遇到用电、动火等情况必须按委托方的要求办理有关手续。
- A.8 施工时遇加药、加酸等作业必须有两人以上,其中一人负责安全监护。
- 以上各条规程施工人员必须严格遵守。



附 录 B
(资料性附录)
标准中所使用的表式

表 B.1 冷却水系统现场调查表

单位名称	调查项目	日期	内容	调查者姓名	备注
	水冷器设备材质				
	走水一侧设备材质				
	冷却水的流速/(m/s)				
	换热表面最高温度/°C				
	水冷设备类型				
冷 却 塔 参 数	循环水量/(m ³ /h)				
	保有水量/m ³				
	排污水量/(m ³ /h)				
	补充水量/(m ³ /h)				
	蒸发水量/(m ³ /h)				
	冷却水进口温度/°C				
	冷却水出口温度/°C				
	浓缩倍数				
	旁滤水量/(m ³ /h)				
	有无处理装置				
	有无旁滤装置				
	有无加酸装置				
	有无通 Cl ₂ 装置				
	有无其他防腐措施				
	目前运行药剂名称、用量				
	目前存在主要问题				

表 B.3 垢样分析报告

单位名称:	系统名称:
取样设备位号:	取样部位:
样品名称:	报告日期:
取样日期:	分析者:
项 目	结 果
外观	
550℃灼烧失重/%	
950℃灼烧失重/%	
Fe ₂ O ₃ /%	
P ₂ O ₅ /%	
CaO/%	
MgO/%	
ZnO/%	
SiO ₂ /%	
Al ₂ O ₃ /%	
CuO/%	
其他	
合计	
取样部位照片	取样部位照片



水处理剂性能评价方法



中华人民共和国国家标准

GB/T 16632—2008
代替 GB/T 16632—1996



水处理剂阻垢性能的测定 碳酸钙沉积法

Determination of scale inhibition performance of water treatment agents—
Calcium carbonate precipitation method

2008-04-01 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准代替 GB/T 16632—1996《水处理剂阻垢性能的测定 碳酸钙沉积法》。

本标准与 GB/T 16632—1996 相比,技术上没有差异。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:济源市清源实业有限公司、天津化工研究设计院、山东省泰和水处理有限公司。

本标准主要起草人:王志清、朱传俊、孙宝季、李琳、白莹。

本标准于 1996 年首次发布。

水处理剂阻垢性能的测定 碳酸钙沉积法

1 范围

本标准规定了同类水处理剂抑制碳酸钙析出的阻垢性能的测定方法,即碳酸钙沉积法。
本标准适用于同类水处理剂抑制碳酸钙析出的阻垢性能的评定。

2 规范性引用文件

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

3 方法提要

以含有一定量碳酸氢根和钙离子的配制水和水处理剂制备成试液。在加热条件下,促使碳酸氢钙加速分解为碳酸钙。达到平衡后测定试液中的钙离子浓度。钙离子浓度愈大,则该水处理剂的阻垢性能愈好。

4 试剂和材料

本标准所用试剂和水,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。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有特殊注明时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

4.1 氢氧化钾溶液:200 g/L。

4.2 硼砂缓冲溶液:pH \approx 9,称取 3.80 g 十水四硼酸钠($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)溶于水中并稀释到 1 L。

4.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.01 mol/L。

4.4 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约 0.1 mol/L。

4.5 钙-羧酸指示剂:称取 0.2 g 钙-羧酸指示剂[2-羟基-1(2-羟基-4-磺基-1-萘偶氮)-3-萘甲酸]与 100 g 氯化钾混合研磨均匀,贮存于磨口瓶中。

4.6 溴甲酚绿-甲基红指示液。

4.7 碳酸氢钠标准溶液:1 mL 约含 18.3 mg HCO_3^- 。

4.7.1 制备

称取 25.2 g 碳酸氢钠置于 100 mL 烧杯中,用水溶解,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。贮存期 30 d。

4.7.2 标定

移取 5.00 mL 碳酸氢钠标准溶液置于 250 mL 锥形瓶中,加约 50 mL 水,3~5 滴溴甲酚绿-甲基红指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由浅蓝色变为紫色即为终点。

4.7.3 计算

碳酸氢根离子(HCO_3^-)含量以质量浓度 ρ_1 计,数值以 mg/mL 表示,按式(1)计算:

$$\rho_1 = \frac{V_1 c M}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V_1 ——滴定中消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——盐酸标准滴定溶液实际浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——所取碳酸氢钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- M ——碳酸氢根离子(HCO_3^-)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=61.00$)。

4.8 氯化钙标准溶液:1 mL 约含有 6.0 mg Ca^{2+} 。

4.8.1 制备

称取 16.7 g 无水氯化钙置于 100 mL 烧杯中,用水溶解,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.8.2 标定

移取 2.00 mL 氯化钙标准溶液置于 250 mL 锥形瓶中,加约 80 mL 水、5 mL 氢氧化钾溶液和约 0.1 g 钙-羧酸指示剂,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亮蓝色即为终点。

4.8.3 计算

钙离子(Ca^{2+})的含量以质量浓度 ρ_2 计,数值以 mg/mL 表示,按式(2)计算:

$$\rho_2 = \frac{V_1 c M}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- V_1 ——滴定中消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值,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);
- V ——所取氯化钙标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- M ——钙离子(Ca^{2+})摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=40.08$)。

4.9 水处理剂试样溶液:1.00 mL 含有 0.500 mg 水处理剂(以干基计)。

5 仪器、设备

- 5.1 恒温水浴:温度可控制在(80±1)℃。
- 5.2 锥形瓶:500 mL,配有装了 $\phi 5 \text{ mm} \sim \phi 10 \text{ mm}$,长约 300 mm 玻璃管的胶塞。

6 试样溶液的制备

6.1 试液的制备

在 500 mL 容量瓶中加入 250 mL 水,用滴定管加入一定体积的氯化钙标准溶液,使钙离子的量为 120 mg。用移液管加入 5.0 mL 水处理剂试样溶液,摇匀。然后加入 20 mL 硼砂缓冲溶液,摇匀。用滴定管缓慢加入一定体积的碳酸氢钠标准溶液(边加边摇动),使碳酸氢根离子的量为 366 mg,用水稀释至刻度,摇匀。

6.2 空白试液的制备

在另一 500 mL 容量瓶中,除不加水处理剂试样溶液外,按 6.1 步骤操作。

7 分析步骤

将试液和空白试液分别置于两个洁净的锥形瓶中,两锥形瓶浸入(80±1)℃的恒温水浴中(试液的液面不得高于水浴的液面),恒温放置 10 h。冷至室温后用中速定量滤纸干过滤。各移取 25.00 mL 滤液分别置于 250 mL 锥形瓶中,加水至约 80 mL,加 5 mL 氢氧化钾溶液和约 0.1 g 钙-羧酸指示剂。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亮蓝色即为终点。按式(2)分别计算试液和

空白试液钙离子的浓度。

8 分析结果的表述

以百分率表示的水处理剂阻垢性能 η 按式(3)计算:

$$\eta = \frac{\rho_4 - \rho_3}{0.240 - \rho_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ρ_4 ——加入水处理剂的试液试验后的钙离子 (Ca^{2+}) 浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

ρ_3 ——未加水处理剂的空白试液试验后的钙离子 (Ca^{2+}) 浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

0.240——试验前配置好的试液中钙离子 (Ca^{2+}) 浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL)。

9 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 2%。



前 言

本标准非等效采用 ASTM G31—1995《实验室金属材料浸渍腐蚀试验标准》。

本标准与 ASTM G31—1995 不同处在于,本标准规定了用旋转挂片法测定水处理剂对金属材料的缓蚀性能。

本标准自实施之日起,代替 HG/T 2159—1991《水处理剂缓蚀性能的测定 旋转挂片法》。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准的附录 B 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国原化学工业部提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准起草单位:光明化工研究设计院。

本标准主要起草人:李成国、郭喜民、郭丰祥、蔡 强、李媛媛、蔡康煜、姜春华。

中华人民共和国国家标准

水处理剂缓蚀性能的测定 旋转挂片法

GB/T 18175—2000

Determination of corrosion inhibition performance
of water treatment agents—Rotation specimen method

1 范围

本标准规定了用旋转挂片法测定水处理剂缓蚀性能的实验室方法。
本标准适用于水处理剂缓蚀性能的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1986)

GB/T 15724.1—1995 实验室玻璃仪器 烧杯

HG/T 3523—1985 冷却水化学处理标准腐蚀试片技术条件

3 方法提要

旋转挂片腐蚀试验方法是在实验室给定条件下,用试片的质量损失计算出腐蚀率和缓蚀率来评定水处理剂的缓蚀性能。

4 试剂和材料

试验方法中所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所需溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 603 的规定制备。

4.1 丙酮。

4.2 无水乙醇。

4.3 盐酸溶液:1+4。

4.4 氢氧化钠溶液:60 g/L。

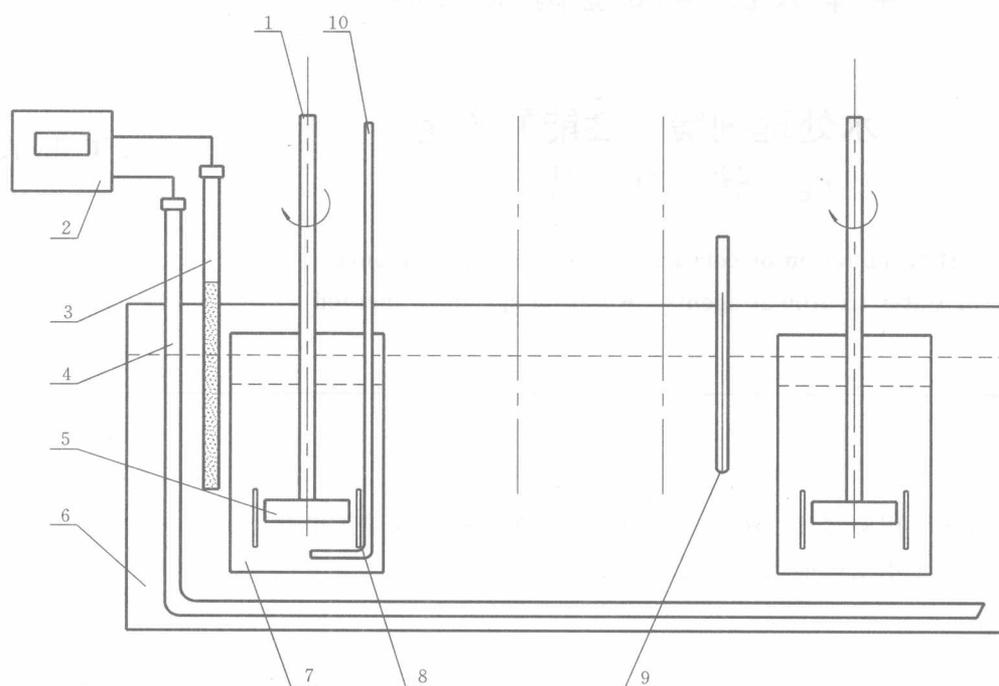
4.5 酸洗溶液:1 000 mL 盐酸溶液(4.3)中,加入 8 g 六次甲基四胺,溶解后,混匀。本酸洗溶液适用于碳钢试片。

5 仪器、设备

5.1 试验装置:见图 1。

国家质量技术监督局 2000-07-31 批准

2001-03-01 实施



1—旋转轴；2—温控仪；3—测温探头；4—电加热器；5—试片固定装置；
6—恒温水浴；7—试杯；8—试片；9—温度计；10—通气管

图 1 试验装置

试验装置必须符合下列要求：

- a) 水浴温度控制范围 $30^{\circ}\text{C}\sim 60^{\circ}\text{C}$ ，精度 $\pm 1.0^{\circ}\text{C}$ 。
- b) 旋转轴转速 $75\text{ r/min}\sim 150\text{ r/min}$ ，精度 $\pm 3\%$ 。
- c) 试片固定装置和试杯须用电绝缘材料制作，旋转轴应使用耐蚀材料制作。
- d) 试杯内可连续通入空气，通气管出气口孔径为： $\phi 1.0\text{ mm}\pm 0.1\text{ mm}$ 。
- e) 连续运行周期：200 h 以上。

5.2 试片：符合 HG/T 3523 的规定。

6 试验条件

- 6.1 试液温度： $45^{\circ}\text{C}\pm 1.0^{\circ}\text{C}$ 。根据实际需要也可选用其他温度。
- 6.2 试片线速度： $0.30\text{ m/s}\sim 0.40\text{ m/s}$ 。
- 6.3 试液体积与试片面积比： $20\text{ mL/cm}^2\sim 40\text{ mL/cm}^2$ 。
- 6.4 试杯：2 000 mL 烧杯，符合 GB/T 15724.1 的规定。
- 6.5 各试杯应能连续通入空气，通气量为 $100\text{ mL/min}\sim 200\text{ mL/min}$ 。
- 6.6 试片上端与试液面的距离：应大于 2 cm。
- 6.7 试片下端与出气点的距离：应大于 3 cm，气流不得直接冲击试片。
- 6.8 平行试验数目：对每个试验条件，应有 4~6 片相同的试片进行平行试验。
- 6.9 试验周期：72 h。
- 6.10 根据试验要求，可选用预膜试片，也可选用不予膜试片。

7 试验步骤

7.1 将试片(5.2)用滤纸把防锈油脂擦拭干净，然后分别在丙酮(4.1)和无水乙醇(4.2)中用脱脂棉擦洗(每 10 片试片用不少于 50 mL 上述试剂)，置于干净滤纸上，用滤纸吸干，置于干燥器中 4 h 以上，称

量(精确到 0.000 2 g),保存于干燥器中,待用。

7.2 按试验要求,配制好水处理剂储备溶液。储备溶液浓度一般为运转浓度的 100 倍左右。储备溶液应在当天或前一天配制。

7.3 按试验要求,准备好试验用水。试验用水可为现场水、按需要配制的水或推荐的标准配制水[见附录 A(标准的附录)]。

7.4 在试杯中加入水处理剂储备溶液(7.2),精确到 0.02 mL,在 2 000 mL 试杯中加试验用水(7.3)到一定体积(溶液总体积按 6.3 的规定计算),混匀,即为试液。在试杯外壁与液面同一水平处划上刻线。将试杯置于恒温水浴中,向各试杯中连续通入空气。

7.5 待试液达到指定温度时,挂入试验用试片,启动电动机,使试片按一定旋转速度转动,并开始计时。

7.6 试杯不加盖,令试液自然蒸发,每隔 1 h~2 h 补加蒸馏水一次,使液面保持在刻线处。

7.7 当运转时间达到指定值时,停止试片转动,取出试片并进行外观观察并记录。

7.8 将试片用毛刷刷洗干净,然后在酸洗溶液(4.5)中浸泡 3 min~5 min,取出,迅速用自来水冲洗后,立即浸入氢氧化钠溶液(4.4)中约 30 s,取出,用蒸馏水冲洗,用滤纸擦拭并吸干,在无水乙醇(4.2)中浸泡约 3 min,置于干净滤纸上,用滤纸吸干,置于干燥器中 4 h 以上,称量(精确到 0.000 2 g)。

同时做试片的酸洗空白试验。

7.9 做未加水处理剂的空白试验。

7.10 对酸洗后的试片进行外观观察并记录。

8 结果的表示和计算

8.1 以 mm/a 表示的腐蚀率 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{8\,760 \times (m - m_0) \times 10}{s \cdot \rho \cdot t} = \frac{87\,600 \times (m - m_0)}{s \cdot \rho \cdot t} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m ——试片质量损失, g;

m_0 ——试片酸洗空白试验的质量损失平均值, g;

s ——试片的表面积, cm^2 ;

ρ ——试片的密度, g/cm^3 ;

t ——试验时间, h;

8 760——与 1 年相当的小时数, h/a;

10——与 1 cm 相当的毫米数, mm/cm。

8.2 以百分数表示的缓蚀率 X_2 按式(2)计算:

$$X_2(\%) = \frac{X_0 - X_1}{X_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X_0 ——试片空白试验的腐蚀率(计算方法同 8.1), mm/a;

X_1 ——试片的腐蚀率, mm/a。

9 允许差

取三片以上试片平行测定结果的算术平均值作为测定结果;单个平行测定结果与算术平均值的相对偏差不超过 $\pm 10\%$ 。

10 试验报告

试验报告应包括下表所列内容:

试验报告

项 目	内 容	备 注
试片材质		
试片表面积,cm ²		
试片线速度,m/s		
试液体积与试片面积比,mL/cm ²		
试验用水水质		
水处理剂名称		
水处理剂浓度,mg/L		
试液 pH 值		
试液温度,℃		
通空气量,mL/min		
试验周期,h		
试液外观		
试片清洗前外观		
试片清洗后外观		
腐蚀率,mm/a		
缓蚀率,%		

附录 A
(标准的附录)
推荐的标准配制水

A1 试剂和材料

A1.1 二水氯化钙。

A1.2 七水硫酸镁。

A1.3 碳酸氢钠。

A1.4 氯化钠。

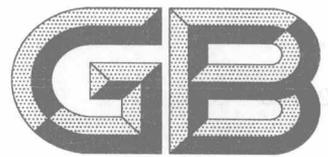
A2 标准配制水的制备

称取 7.35 g 二水氯化钙(A1.1)、4.93 g 七水硫酸镁(A1.2)、6.58 g 氯化钠(A1.4)溶于约 7 L 水中,完全溶解后,混匀;另称取 1.68 g 碳酸氢钠(A1.3)溶于约 1 L 水中,完全溶解后,混匀。转移到上述溶液中,用水稀释到 10.0 L,混匀。

附录 B
(提示的附录)
腐蚀率换算表

给定单位 \ 换算单位	mm/a	g/(m ² ·h)	mg/(dm ² ·d)
mm/a	1	$0.114 \times \rho$	$27.4 \times \rho$
g/(m ² ·h)	$8.76/\rho$	1	240
mg/(dm ² ·d)	$3.65 \times 10^{-2}/\rho$	4.17×10^{-3}	1

注: ρ 为试片密度, g/cm³。



中华人民共和国国家标准

GB/T 20778—2006

水处理剂可生物降解性能评价方法 CO₂ 生成量法

Evaluation of biodegradability of water treatment chemicals—
Carbon dioxide evolution test

(ISO 9439:1999, Water quality—Evaluation of ultimate aerobic
biodegradability of organic compounds in aqueous medium—
Carbon dioxide evolution test, MOD)

2006-12-29 发布

2007-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用 ISO 9439:1999《水质 有机物水溶液最终好氧生物降解性评价方法 CO₂ 生成量法》(英文版)。

本标准根据 ISO 9439:1999 重新起草。在附录 E 中列出了本标准章条编号与 ISO 9439:1999 章条编号的对照一览表。

本标准与 ISO 9439:1999 的主要差异为:在规范性引用文件中引用了我国的标准。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E 均为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准主要负责起草单位:天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:靳晓霞、朱传俊、胡兴刚、邵宏谦、白莹、马一骏、李琳、孙继。

本标准为首次制定。

水处理剂可生物降解性能评价方法

CO₂ 生成量法

1 范围

本标准规定了水处理剂可生物降解性能的评价方法。

本标准适用于在实验条件下易溶于水或微溶于水,无挥发性且在实验浓度下对试验微生物无抑制作用的水处理剂(有机物)。

2 规范性引用文件

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, eqv ISO 3696:1987)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

最终好氧生物降解 ultimate aerobic biodegradation

在氧气存在的情况下,化合物或有机质被微生物分解为 CO₂、H₂O 及存在的其他元素的无机盐(矿化作用)并产生新的生物种群的过程。

3.2

初级生物降解 primary biodegradation

化合物在微生物的作用下,使分子结构发生改变(转变)达到某些特性消失的降解过程。

3.3

活性污泥 activated sludge

在溶解氧存在下,利用细菌和其他微生物对废水进行生化处理所生成的絮状物。

3.4

悬浮固体浓度 concentration of suspended solids

一定体积的活性污泥经过滤或离心分离,并在 105℃ 烘干至恒重所得(活性污泥)的固体质量。

3.5

溶解性有机碳(DOC) dissolved organic carbon

水样中不能通过特定相分离技术去除的有机碳。

注:如在 40 000 m/s² 的速率下离心分离 15 min 或经孔径为 0.2 μm~0.45 μm 的膜过滤。

3.6

总无机碳(TIC) total inorganic carbon

水中源自于 CO₂ 和碳酸盐的所有的无机碳。

3.7

溶解性无机碳(DIC) dissolved inorganic carbon

水中无法用特定相分离技术去除的无机碳。

注：如在 $40\,000\text{ m/s}^2$ 的速率下离心分离 15 min 或经孔径为 $0.2\ \mu\text{m}\sim 0.45\ \mu\text{m}$ 的膜过滤。

3.8

CO₂ 理论生成量(ThCO₂) theoretical amount of formed carbon dioxide

化合物被彻底氧化所生成 CO₂ 的理论最大值。

注：ThCO₂ 可通过分子式计算，并且用每毫克(或克)待测物所生成 CO₂ 的量(mg)来表示。

3.9

停滞期 lag phase

指从实验开始到降解微生物已驯化并且化合物或有机质的生物降解率已增加到最大生物降解率的 10% 的时间。

注：通常以天计。

3.10

最大生物降解率 maximum level of biodegradation

实验中化合物或有机质的最大生物降解程度，即实验过程中再无比该值更大的生物降解发生。

注：通常以百分率计。

3.11

生物降解期 biodegradation phase

从停滞期结束至达到最大生物降解率 90% 的时间。

注：通常以天计。

3.12

平台期 plateau phase

从生物降解期结束至实验结束的时间。

注：通常以天计。

3.13

预暴露(接触) pre-exposure

为了提高微生物的适应性和选择性，强化接种物对待测物的生物降解能力，在待测物或有机质存在的条件下对接种物进行的预先培养。

3.14

预处理 preconditioning

为提高实验效果，在不含待测物或有机质的条件下，对接种物进行给定条件下的预先培养。

4 方法提要

通过静态实验，可以测定水处理剂(有机物)在好氧微生物作用下的生物降解性能。试验溶液包括无机培养液、作为惟一碳源和能量源的水处理剂(有机碳浓度 $10\text{ mg/L}\sim 40\text{ mg/L}$)、从废水处理厂或其它环境中得到的混合接种物。该试液在实验容器中连续搅拌并通以不含 CO₂ 的空气，一般需连续 28 d (参见附录 A)。微生物降解所产生的 CO₂ 用外置的吸收瓶吸收，并用适当的分析方法测定其生成量(参见附录 B)，并与理论生成量(ThCO₂)相比，所得结果用百分率表示。

对于水溶性化合物，可测定 DOC 去除率以获得最终生物降解的补充信息。DOC 去除率可用给定的方法测得(参见附录 D，该方法使用较高浓度的待测物和接种物，可提高实验中潜在的生物降解性能)。如果有特定物质的测定方法，也可以得到初级生物降解的信息。

5 实验环境

在避光或弱光的条件下进行培养,温度 20℃~25℃。

6 试剂和材料

分析方法中,除特殊规定外,只应使用分析纯试剂。

分析方法中所需标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

6.1 水,GB/T 6682 三级且不含二氧化碳。

6.2 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)。

6.3 磷酸氢二钾(K_2HPO_4)。

6.4 磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

6.5 氯化铵(NH_4Cl)。

6.6 硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)。

6.7 氯化钙($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

6.8 氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

7 仪器和设备

7.1 实验装置

能通气并带搅拌的玻璃瓶(如锥形瓶)、不能泄露 CO_2 的管道系统。将系统置于恒温室或带有温度调节控制器的环境内(如水浴)。

7.2 不含 CO_2 的空气发生装置

能提供每个实验容器约 50 mL/min~100 mL/min 恒定流量气体的装置(示例参见附录 A)。

7.3 CO_2 分析设备

能保证足够精确度的任何仪器和方法均可。例如 CO_2 或 DIC 分析仪或用碱性溶液完全吸收后的滴定装置(示例参见附录 B)。

7.4 溶解性有机碳(DOC)分析仪(可选)

7.5 离心或过滤装置

用膜过滤(膜孔径在 0.2 μm ~0.45 μm)对有机碳的吸收或损失最小。

7.6 pH 计

7.7 转子流量计

8 试验前的准备

8.1 培养液的制备

8.1.1 溶液 a

磷酸二氢钾(KH_2PO_4)	8.50 g
磷酸氢二钾(K_2HPO_4)	21.75 g
磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	33.40 g
氯化铵(NH_4Cl)	0.50 g

将上述试剂溶于水并稀释至 1 000 mL, pH 值约为 7.4。

8.1.2 溶液 b

称取硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)22.5 g 溶于水,并稀释至 1 000 mL。

8.1.3 溶液 c

称取氯化钙($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)36.4 g 溶于水中,并稀释至 1 000 mL。

8.1.4 溶液 d

称取氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)0.25 g 溶于水中,并稀释至 1 000 mL。此溶液用前现配或加一滴盐酸(HCl)酸化以避免沉淀。

1 L 培养液,需加水大约 800 mL,溶液 a 10 mL,溶液 b~d 各 1 mL,然后用水稀释至 1 000 mL。

8.2 试验溶液的制备

8.2.1 待测液

用培养液配制一份待测水处理剂或有机物的待测液,使待测液中有机碳质量浓度在 10 mg/L~40 mg/L 之间。根据待测水处理剂或有机物性质(如毒性)及实验目的的不同,也可采用其他浓度。水溶性较低的化合物可直接加入测试瓶中,准确测定加入量。

8.2.2 参比液

选择一种已知生物降解性能的化合物作为参比物。用培养液配制一份与待测液相同的参比液,其有机碳质量浓度为 20 mg/L 或与待测液有机碳质量浓度相同。

8.2.3 抑制性检测液

根据需要(如,在待测物毒性数据未知的情况下)用培养液配制一份同时含有待测物和参比物的溶液,每种化合物的有机碳质量浓度最好为 20 mg/L。

8.3 接种物的制备

8.3.1 概述

利用活性污泥 8.3.2、8.3.3 和 8.3.4 所述的菌源或其混合物制备接种物,以获得具有足够生物降解活性的微生物种群。通过参比物可检测接种物的活性(见 8.2.2 和第 11 章)。空白产生的 CO_2 量应满足数据有效性标准(见第 11 章)。对接种物进行预处理可有效减少空白的影响,如:使用前用培养液(8.1)冲洗并曝气 1 d~7 d,选择适当体积接种(见注 2)。

注 1: 通常情况下,接种物不应预先暴露于待测物中,使得其在环境中的降解行为有一前置量。在特定情况下,是否预先暴露于接种物取决于实验的目的,在实验报告中必须明确指出(如:降解百分率为 $x\%$,预先暴露在接种物中),并详细说明预先暴露的方法。

注 2: 根据经验,适当体积指:

- 所含菌种可提供足够的生物降解活性;
- 参比物的生物降解率满足要求(见第 11 章);
- 试验溶液中生物个体数目应在($10^3 \sim 10^6$)个/mL 之间;
- 试验溶液中活性污泥的悬浮物质量浓度不大于 30 mg/L;
- 接种物产生的溶解性有机碳应小于待测物初始有机碳质量浓度的 10%;
- 1 000 mL 试验溶液一般需加入接种物 1 mL~10 mL 即可。

8.3.2 取自活性污泥厂的接种物

从主要处理生活污水的污水处理厂的曝气罐或试验室提取的活性污泥样品。混合均匀并测定活性污泥的悬物固体浓度。如果需要,可通过滤网滤去粗糙颗粒并放置浓缩,以便使加入到试验溶液中的活性污泥体积最小。在曝气条件下保存样品,最好当天采集当天使用。取适当体积使试验溶液悬浮物质量浓度为 30 mg/L。

8.3.3 取自于废水的接种物

从主要处理生活污水的污水处理厂的现场流入液、流出液或试验室取样。如需要可通过粗滤去除杂质并浓缩样品(如通过离心分离)。混合均匀,在曝气条件下保存样品,最好当天收集当天使用。使用前静置一小时,再取一定体积的上清液用于接种。

8.3.4 取自地表水的接种物

从适当的地表水中取样,如需要可通过粗滤纸过滤或离心分离来浓缩样品。在曝气条件下保存样品,最好当天收集当天使用。取适当体积用于接种。

9 实验步骤

9.1 试验瓶的准备

- 装有待测液(8.2.1)的待测瓶 2 个(标记为 F_T)；
- 装有培养液和接种物的空白瓶 2 个(标记为 F_B)；
- 装有参比液(8.2.2)的参比瓶 1 个(标记为 F_C)，用来核对实验过程；
- 如需要，准备盛装抑制性检测液(8.2.3)的试验瓶 1 个(标记为 F_I)，用于检测待测物可能存在的抑制作用；
- 如需要，准备盛装只含待测物(8.2.1)，不含接种物的试验瓶 1 个(标记为 F_S)，通过高压灭菌或加入适当的无机毒性物质(如，加入 10 g/L 的 $HgCl_2$ 溶液 1 mL/L)以抑制微生物的活性来检测待测物可能存在的非生物消除作用。在实验开始后两周再加入等量的毒性物质。

9.2 试验装置中 CO_2 气体的清除

如表 1 所示，在试验瓶中加入适量的培养液(8.1)和接种物(8.3)，最终实验体积为 3 L(只要能满足实验结果的有效性，也可采用其他实验体积)。

将实验容器与不含 CO_2 的气体发生装置连接(参见附录 A)。实验系统在设定实验温度下，搅拌、曝气 24 h，彻底排出体系的 CO_2 气体(搅拌时如果产生过多的泡沫，则在不断搅拌的条件下通过顶端曝气装置置换气泡)。预曝气后，将每个试验瓶的空气出口与 CO_2 吸收或测量装置相连接。

9.3 降解开始

根据表 1 在各试验瓶中加入指定浓度的待测液(8.2.1)和参比液(8.2.2)，通以流量 50 mL/min~100 mL/min 的不含 CO_2 的气体，开始试验。

根据 CO_2 的生成速率，在一定计时间隔，选择一种适当、有效、准确的方法(参见附录 B)测定每个试验瓶的 CO_2 释放量。待生成的 CO_2 接近常数(平台期)并且预计不会有进一步的生物降解发生，则可认为试验结束。

通常试验期最长不超过 28 d。如果界时降解已明显开始但尚未到达平台期，则需将试验期延长 1~2 星期。

9.4 降解结束

试验最后一天，测量每个试验瓶的 pH 值。为分解试验瓶中碳酸盐和重碳酸盐，清除 CO_2 ，加入 1 mL~10 mL 盐酸(HCl)，酸化。继续通气 24 h，测定每个试验瓶释放的 CO_2 量。

表 1 测试瓶中待测物和参比物的最终分配

测试瓶	培养液 (8.1)	待测物 (8.2.1)	参比物 (8.2.2)	接种物 (8.3)
F_T 待测物	+	+	—	+
F_T 待测物	+	+	—	+
F_B 空白	+	—	—	+
F_B 空白	+	—	—	+
F_C 接种物核查	+	—	+	+
F_I 抑制作用	+	+	+	+
F_S 非生物消除核查	+	+	—	—

注 1：用常规方法测定吸收瓶中的 CO_2 ，尤其是测定 DIC 时，不能排除实验过程中包含和积累的空气中少量 CO_2 ，因此需减去空白的 CO_2 值，以减少对实验结果的影响。但对非生物消除控制试验(容器 F_S)，上述情况可能导致降解结果明显不可信。因此，建议只在实验结束时测量 F_S 瓶中 CO_2 的生成量。

注 2：如果为提供水溶性待测物生物降解性的补充资料需测量 DOC 去除率，或用特定物质的分析方法确定初始生物降解性能，可参见附录 D。

10 计算

10.1 待测物理论 CO₂ 的生成量

实验容器产生的 CO₂ 理论值 ThCO₂ (以 mg 计), 按式(1)计算:

$$\text{ThCO}_2 = \frac{\rho_c V_L M_1}{M_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_c ——实验容器中待测化合物有机碳质量浓度的数值, 单位为毫克每升(mg/L), 由待测化合物储备液测得或计算出;

V_L ——实验容器中待测溶液体积的数值, 单位为升(L);

M_1 ——CO₂ 的相对分子质量 $M_1 = 44.0$;

M_2 ——C 的相对原子质量 $M_2 = 12.0$ 。

参比化合物和抑制溶液的 ThCO₂ 计算方法同上。

10.2 生物降解率

各实验容器(F_T)每一测量间隔的生物降解率 D_m (%)按式(2)计算:

$$D_m = \frac{\sum m_{Tt} - \sum m_{Bt}}{\text{ThCO}_2} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\sum m_{Tt}$ ——从实验开始至 t 时刻容器 F_T 所产生 CO₂ 的质量的数值, 单位为毫克(mg);

$\sum m_{Bt}$ ——从实验开始至 t 时刻空白容器 F_B 所产生 CO₂ 的质量的数值, 单位为毫克(mg)。

接种测试瓶 F_C 中参比化合物, 抑制实验 F_I 中含待测物及参比物的混合物, 消除非生物影响实验 F_S 中不减去空白的待测化合物, 都可以用相同方法计算其生物降解程度。

注: 如果通过分析特定物质的实验方法来测量 DOC 的去除率和初级生物降解, 推荐根据附录 D 来计算结果。

10.3 结果的表达

将每个测量区间及各实验容器的 CO₂ 释放量 ($\sum m_{Tt}$ 和 $\sum m_{Bt}$) 及生物降解百分率 (D_m) 汇总成表格。以时间为函数绘制生物降解曲线, 并指出滞后区间和降解区间。也可绘制 CO₂ 净释放量与时间的曲线。如果重复实验 F_T 得到了对比实验结果 (误差 < 20%), 可绘制平均值曲线。以相同方式绘制参比化合物 F_C、消除非生物影响测试瓶 F_S、抑制实验 F_I 的生物降解曲线 (参见附录 C)。

在高台区或最大值处确定生物降解率的平均值。如, 当曲线在高台区后降低则表明该生物降解的最大程度即为本实验报告中“待测物的生物降解程度”。

待测物的毒性资料对解释生物降解率结果偏低非常有用。如果容器 F_I 的生物降解率小于 25%, 并且待测物降解不充分, 则可以假定待测物对菌有抑制作用。这种情况下, 应降低实验浓度或采用其他接种物重做。如果容器 F_S 的 CO₂ 释放量较大 (大于 10%), 则有可能发生非生物降解过程。

11 实验结果的有效性

11.1 有效性标准

- a) 到第 14 天, F_C 容器中 (接种物检测) 的生物降解率大于 60%;
- b) 在实验结束时, 3 L 空白实验所释放 CO₂ 质量浓度约为 40 mg/L, 不超过 70 mg/L;
- c) 在实验刚开始时, DIC 的值应小于待测物有机碳值的 5%。

注: 如果 a) 和 b) 不能满足, 则应重新选择接种物。如果 c) 条件不能满足, 检测容器曝气用空气是否真正不含 CO₂。

11.2 抑制作用

当实验包括 F_L (用于抑制作用检测) 容器时, 如果实验结束时 F_L 容器中参比物的生物降解百分率低于 40%, 则可认为待测物对菌有抑制作用。在这种情况下, 建议降低待测物浓度, 重新试验。

11.3 pH 值

在实验结束时,如果 pH 值超出 6~8.5,并且待测物的生物降解率 $<60\%$,则建议降低待测物浓度重新试验或采用附录 D 所述方法校正。

12 实验报告

实验报告中应至少包括以下几方面的内容:

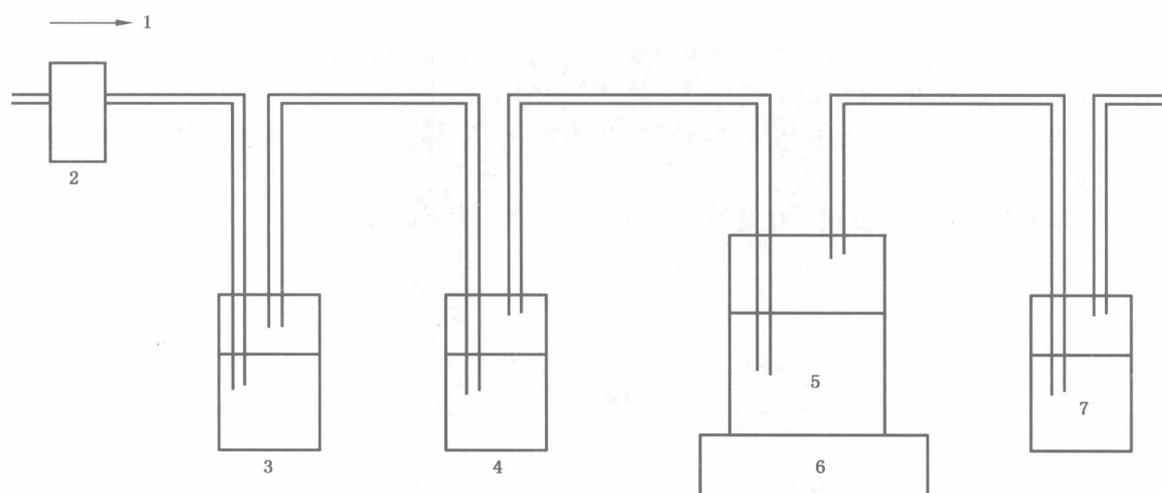
- a) 待测物鉴定的所有必要信息;
- b) 所有测得数据(可采用表格形式)以及降解曲线;
- c) 所用待测物浓度, ThCO_2 值,在待测物可水溶的情况下,给出该浓度的 DOC 值;
- d) 所用参比化合物的名称及所测得的该化合物的生物降解性;
- e) 实验中采用的接种物的来源、特性、浓度或体积以及预处理中的所有信息;
- f) 所用 CO_2 分析系统的主要特征;
- g) 实验中的培养温度;
- h) 如果有 DOC 去除百分率或初级生物降解率,也应记录在报告中;
- i) 如果包括容器 F_s (非生物去除),则应记录该降解率;
- j) 如果包括容器 F_1 (生物作用的抑制性检测),则应记录该降解率并说明该待测化合物的毒性;
- k) 实验失败的原因;
- l) 标准步骤的任何改变或其他任何有可能对结果产生影响的情况。

附录 A

(资料性附录)

二氧化碳测定系统的原理

如图 A.1 装配容器并用气密性良好的管子连接。实验体系通以不含 CO_2 的空气,流量 $50 \text{ mL/min} \sim 100 \text{ mL/min}$,维持恒定低压,通过数气泡或选用合适的气体流量计监测气体流量。使用人工合成的不含 CO_2 的空气或压缩空气需将气体通过一个装有干苏打石灰的容器或至少两个装有 500 mL NaOH 水溶液($c=10 \text{ mol/L}$)的洗气瓶以除去 CO_2 。另一装有 100 mL Ba(OH)_2 溶液($c=0.0125 \text{ mol/L}$)的实验瓶用来通过浊度显示空气中是否含有 CO_2 。显示瓶和测试瓶之间可再连接一空瓶以防止吸收液残留。在测试瓶中如果有生物降解发生,产生的 CO_2 气体将被后面的吸收瓶所吸收,该过程详见附录 B。



- 1——压缩空气;
- 2——流量计;
- 3——二氧化碳吸收瓶(NaOH 溶液);
- 4——二氧化碳显示瓶[Ba(OH)_2 溶液];
- 5——测试瓶;
- 6——搅拌器;
- 7——二氧化碳吸收瓶[Ba(OH)_2 溶液或 NaOH 溶液]。

图 A.1 二氧化碳测定系统示意图

附录 B
(资料性附录)
二氧化碳释放量测定实例

B.1 DIC 法测定 CO₂**B.1.1 方法提要**

用 NaOH 溶液吸收所释放的 CO₂, 采用无需茱化或氧化的 DOC 分析仪测定溶解性无机碳(DIC)。

B.1.2 试剂和材料

分析方法中, 除特殊规定外, 只应使用分析纯试剂。

分析方法中所需标准溶液, 在没有注明其他规定时, 按 GB/T 601 规定制备。

B.1.2.1 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.05 mol/L。

B.1.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和

B.1.3.1 DOC 分析仪。**B.1.4 测定步骤**

将两个吸收瓶与测试瓶相连, 每个吸收瓶中至少装 100 mL NaOH 标准溶液。用一个小虹吸管密封最后一个吸收瓶的出口以防止空气中的 CO₂ 导入 NaOH 标准溶液中。在 CO₂ 测定当天, 拆下离测试瓶最近的吸收瓶, 取一定体积的溶液测定 DIC 值(如 10 mL)。用后一个吸收瓶替换该吸收瓶, 再加一个装有新配制 NaOH 标准溶液的吸收瓶。在实验最后, 酸化测试液, 测定两个吸收瓶的 DIC。同时测定氢氧化钠标准溶液的 DIC 值, 作为计算 CO₂ 生成量时的空白值(ρ_B)。

CO₂ 的生成量 m_{T_t} (mg) 按式(B.1)计算:

$$m_{T_t} = \frac{(\rho_T - \rho_B)V \times M_1/M_2}{10^3} \dots\dots\dots(\text{B.1})$$

式中:

ρ_T —— t 时刻待测瓶 F_T 中 NaOH 标准溶液的 DIC 浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

ρ_B —— t 时刻空白瓶 F_B 中 NaOH 标准溶液的 DIC 浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

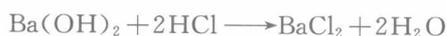
M_1 ——CO₂ 的相对分子质量 $M_1 = 44.0$;

M_2 ——C 的相对原子质量 $M_2 = 12.0$ 。

V ——所取待测瓶 F_T 中 NaOH 标准溶液体积的数值, 单位为毫升(mL)。

B.2 氢氧化钡滴定法**B.2.1 方法提要**

反应产生的 CO₂ 与氢氧化钡[Ba(OH)₂ · 8H₂O]反应生成 BaCO₃ 沉淀。CO₂ 生成量通过用盐酸标准滴定溶液滴定剩余的 Ba(OH)₂ 而得。反应方程式如下:

**B.2.2 试剂和材料**

分析方法中, 除特殊规定外, 只应使用分析纯试剂。

分析方法中所需标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他规定时, 均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

B.2.2.1 水, GB/T 6682 三级且不含二氧化碳。

B. 2. 2. 2 氢氧化钡标准溶液: $c[\text{Ba}(\text{OH})_2]$ 约 0.025 mol/L。

将 8.0 g $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 溶于 1 000 mL 水中配置成浓度为 0.025 mol/L 的溶液。建议一次性配足实验所需用量(如 5 L)。过滤除去溶液中的杂质并用盐酸标准滴定溶液标定其浓度。密封贮存,防止吸收空气中的 CO_2 , 保持溶液澄清。

B. 2. 2. 3 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约 0.05 mol/L。

B. 2. 2. 4 酚酞指示液: 10 g/L 乙醇溶液。

B. 2. 3 分析步骤

分别移取 100.00 mL $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 标准溶液于三个吸收瓶中。根据待测水处理剂或有机物的性质和数量的不同调整吸收液的体积。在试验过程中,当第一个吸收瓶由于吸收了 CO_2 而产生 BaCO_3 沉淀使溶液变浑浊,而第二个吸收瓶尚未浑浊时,定期地在测定当天拆下离试验瓶最近的吸收瓶,用盐酸标准滴定溶液滴定。吸收瓶拆下后,立即用塞子密封以避免吸收空气中的 CO_2 。顺次前移剩余两个吸收瓶,并在最后再新连接一个装有 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 标准溶液的吸收瓶。

可以根据需要进行上述步骤。通常在实验刚开始时,需要每隔一天滴定一次,当实验到达平台区时则只需每五天滴定一次。以完全相同的方法处理装有待测物、参比物、空白、抑制作用核查以及接种物核查的试验瓶。

吸收瓶拆下后,立即用盐酸标准滴定溶液滴定全部(100 mL)或其 1/2 或 1/3 体积的 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 标准溶液,并记录中和所需的盐酸标准滴定溶液的体积。

B. 2. 4 计算

吸收瓶所吸收的 CO_2 的质量 m_t (mg) 按式(B. 2)计算:

$$m_t = (V_0 - V_t)cM/2 \dots\dots\dots(\text{B. 2})$$

式中:

- V_0 ——实验开始时 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 标准溶液所耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_t —— t 时刻 $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 标准溶液所耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M —— CO_2 摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M=44.0$)。

附录 C
 (资料性附录)
 生物降解曲线示例

生物降解曲线示例

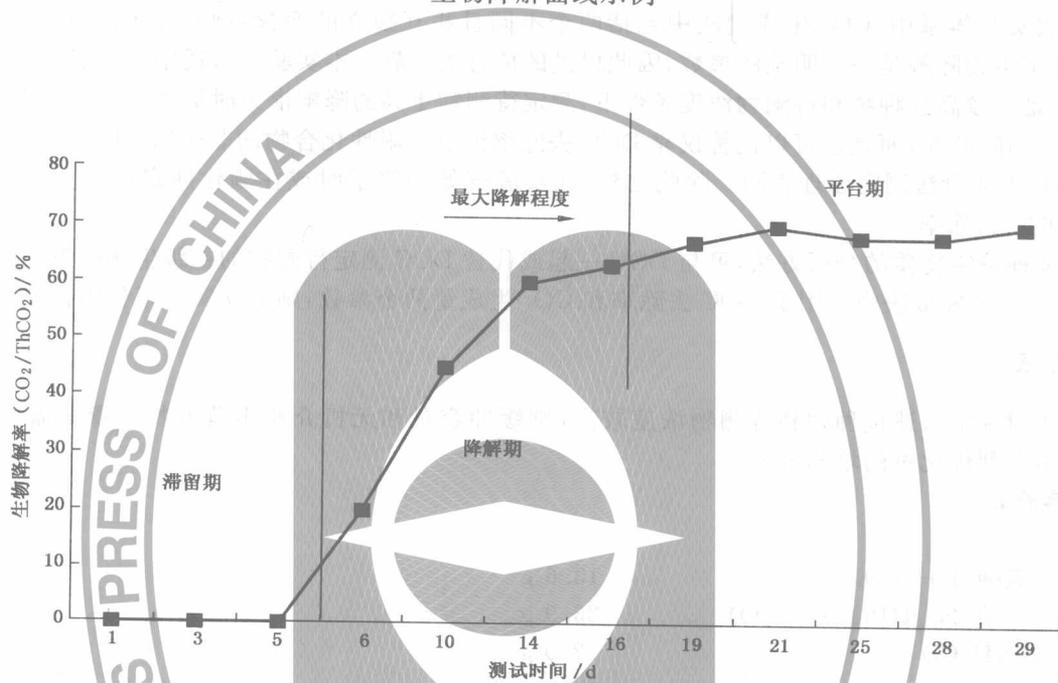


图 C.1 苯胺的 CO₂ 评价法生物降解曲线

附录 D
(资料性附录)
CO₂ 与 DOC 联合测定法

D.1 测定范围和原理

在单次实验体系中,CO₂ 生成量法中包括两个不同且相互独立的变量,DOC 去除率和 CO₂ 生成量;后者对于生物降解是一个明确的参数,因此提供的信息更可靠。本实验法只适用于水溶性良好的待测物,尤其是在较高接种物和待测物浓度条件下,测定待测物更高的降解潜力时更为适用。本方法不仅用于测定生物降解性,而且也可以代替仅靠 DOC 去除率评价吸附性化合物的非生物消除实验。

与 CO₂ 生成量法测定原理相同。除此之外,在实验开始和终止时或在驯化期定期取样测定 DOC 值,计算 DOC 去除率。

若有某种特定物质的分析方法,可与 DOC 一起或代替 DOC 测定待测物的初级生物降解性。

如果 CO₂ 生成量法中采用了 DOC 去除率和 CO₂ 生成量两个参数,则应在实验报告中指出。

D.2 培养液

如果如附录中所述接种物和待测物浓度较高,则缓冲容量和无机介质中营养物含量都需要增加。此时可采用下列优化过的培养液:

D.2.1 溶液 a

溶解

磷酸二氢钾(KH ₂ PO ₄)	13.6 g
磷酸氢二钠(Na ₂ HPO ₄ · 2H ₂ O)	26.9 g
氯化铵(NH ₄ Cl)	2.0 g
用水定容到	1 000 mL

D.2.2 溶液 b

硫酸镁(MgSO₄ · 7H₂O)22.5 g 溶解于水,并定容到 1 000 mL。

D.2.3 溶液 c

氯化钙(CaCl₂ · 2H₂O)36.4 g 溶解于水,并定容到 1 000 mL。

D.2.4 溶液 d

氯化铁(FeCl₃ · 6H₂O)0.25 g 溶解于水,并定容至 1 000 mL。加一滴盐酸酸化以避免沉淀。

D.2.5 溶液 e(微量元素溶液,可选)

在 10 mL 盐酸(HCl)水溶液(25%,7.7 mol/L)中溶解下列物质:70 mg ZnCl₂,100 mg MnCl₂ · 4H₂O,6 mg H₃BO₃,190 mg CoCl₂ · 2H₂O,240 mg NiCl₂ · 6H₂O,36 mg Na₂MoO₄ · 2H₂O,33 mg Na₂WO₄ · 2H₂O,26 mg NaSeO₃ · 5H₂O,用水定容至 1 000 mL。

1 L 培养液,加大约 800 mL 水、100 mL a 溶液、b~e 溶液各 1 mL,然后用水定容至 1 000 mL 并测量其 pH 值。

D.3 接种物

使用与 8.3 中相同的接种物。活性污泥的悬浮固体质量浓度可增加至 150 mg/L。此时使用优化后的培养液。

D.4 实验步骤

实验环境同第 5 章。

实验容器同第9章。所有测试瓶如7.1所述配有磁力搅拌棒。每个测试瓶的顶部留一个带阀门的采样口用于取样测定DOC或分析特定物质。取样时无需振荡。参照附录B连接测试瓶与吸收瓶。

加入标准的或优化过的培养液和接种物。通常情况下加入的待测物(8.2.1)或参比物(8.2.2)的有机碳质量浓度为40 mg/L,最终实验体积为1 500 mL,曝气,搅拌。不含CO₂的空气流量150 mL/h~300 mL/h(参见附录A),接种物悬浮固体质量浓度150 mg/L。

如第9章所述,在一定时间间隔内取足够量的样品(如15 mL)平行测定DOC。如第9章和附录B所述测定CO₂生成量。取样测定DOC或分析特定物质后,同时取样监测测试瓶中ThCO₂的变化。此时10.1公式(1)中的V_L为新的体积数。

如果实验过程中不能跟踪测定DOC去除率,则可只在实验开始和结束(酸化前)时取样测定DOC的值。此时无需特殊的测试瓶。

如果有合适的特定物质分析方法,则应测定初始生物降解率,即测定取出样品中待测物的含量。

D.5 以CO₂生成量为依据计算生物降解率

按10.1中给定的方法计算。

D.6 DOC去除率的计算

待测瓶F_T中溶解性有机碳D_C的去除百分率(%)按式(D.1)计算:

$$D_C = \left[1 - \frac{\rho_{CTt} - \rho_{CBt}}{\rho_{CT0} - \rho_{CB0}} \right] \times 100 \quad \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

ρ_{CT0} ——0时刻时测试瓶F_T中DOC的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_{CB0} ——0时刻时空白瓶F_B中DOC的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_{CTt} ——*t*时刻时测试瓶F_T中DOC的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_{CBt} ——*t*时刻时空白瓶F_B中DOC的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L)。

对于吸附型物质,必须测定接种物加入前的 ρ_0 并可忽略 ρ_{B0} 。

参比物F_C、非生物去除核查F_S以及抑制性核查F_I的生物降解性用相同的方法计算。

D.7 初始生物降解率的计算

当使用待测物分析法时,待测物的初始生物降解率D_S(%)按式(D.2)计算:

$$D_S = \frac{\rho_S - \rho_T}{\rho_S} \times 100 \quad \dots\dots\dots (D.2)$$

式中:

ρ_T ——*t*时刻F_T容器中待测物质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_S ——*t*时刻F_S容器中待测物质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L)。

D.8 实验结果的表达

汇总并处理实验数据,如10.3,绘制去除率曲线。

D.9 可信度标准

见11.1。如果使用了较高浓度的接种物(150 mg/L,参见D.3),则实验结束时空白瓶中CO₂的质量浓度应大约为150 mg/L。

附录 E
(资料性附录)

本标准的章条编号与 ISO 9439:1999 章条编号对照

表 E.1 给出了本标准章条编号与 ISO 9439:1999 章条编号对照一览表。

表 E.1 本标准章条编号与 ISO 9439:1999 章条编号对照

本标准章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1
2	—
3	2
3.1~3.14	2.1~2.14
4	3
5	4
6	5
6.1	5.1
6.2~6.8	—
7	6
7.1~7.6	6.1~6.6
7.7	—
8	—
8.1	5.2
8.1.1~8.1.4	5.2.1~5.2.2
8.2	7.1
8.2.1~8.2.3	7.1.1~7.1.3
8.3	7.2
8.3.1~8.3.4	7.2.1~7.2.4
9	7.3
10	8
10.1~10.3	8.1~8.3
11	9
11.1~11.3	9.1~9.3
12	10
附录 A	附录 A
附录 B	附录 B
附录 C	附录 C
附录 D	附录 D
附录 E	—



中华人民共和国国家标准

GB/T 22595—2008

杀生剂能效的评价方法 异养菌

Test method for efficacy of antimicrobials—Aerobic bacteria



2008-12-23 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准附录 A、附录 B 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:上海未来企业有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:刘昕、张全、邵宏谦、朱传俊。

杀生剂能效的评价方法 异养菌

1 范围

本标准规定了在冷却水系统中使用的杀生剂对异养菌杀灭能效的评价方法。

本标准适用于氧化性及非氧化性杀生剂对异养菌的杀菌能效的评价。

2 规范性引用文件

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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

GB/T 14643.1 工业循环冷却水中黏液形成菌的测定 平皿计数法

3 方法提要

在含一定数量异养菌的试样中,定量的加入杀生剂,模拟杀生剂的使用条件(水质、pH值等),在选定的时间周期测定试样中存活异养菌的数量与试验起始时异养菌的数量做比较,计算此杀生剂对异养菌的杀生率。

4 试剂和材料

本标准所用试剂和水,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。

试验方法中所用制剂及制品,按 GB/T 603 规定制备。

- 4.1 牛肉膏:生化试剂。
- 4.2 蛋白胨:生化试剂。
- 4.3 氯化钠。
- 4.4 琼脂:生化试剂。
- 4.5 氢氧化钠溶液:40 g/L。
- 4.6 盐酸溶液:1+1。
- 4.7 乙醇溶液:75%(体积分数)。
- 4.8 牛皮纸。
- 4.9 镊子。
- 4.10 滤纸。
- 4.11 医用脱脂棉。
- 4.12 医用脱脂纱布。

5 仪器、设备

- 5.1 无菌箱(室)或超净工作台。
- 5.2 蒸汽压力灭菌器。
- 5.3 生化培养箱。

- 5.4 电热干燥箱:温度控制在 60 °C~280 °C。
- 5.5 刻度吸管:1 mL。
- 5.6 刻度吸管:5 mL。
- 5.7 容量瓶:1 000 mL。
- 5.8 培养皿:φ90 mm。
- 5.9 锥形瓶:500 mL。
- 5.10 搪瓷量杯:1 000 mL。
- 5.11 磨口锥形瓶:100 mL。
- 5.12 微量进样器。

6 试验前准备

6.1 培养基的制备

6.1.1 固体培养基的制备:

称取下列试剂:

- 牛肉膏 3.0 g。
- 蛋白胨 10.0 g。
- 氯化钠 5.0 g。

琼脂:根据所用琼脂的凝固力及季节的不同适当增减,一般为 15.0 g~20.0 g。

将上述试剂加水约 950 mL,在电炉上加热溶解后,趁热用四层医用脱脂纱布过滤于搪瓷量杯中,并用热水补充至 1 000 mL。用氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节 pH 值至 7.0 ± 0.2 ,并分装在 500 mL 锥形瓶中,每瓶装量不超过其总容量的 2/3。塞上棉塞,用牛皮纸把瓶口包好,用蒸汽压力灭菌器于 $(121 \pm 1)^\circ\text{C}$ 灭菌 15 min~30 min。

6.1.2 液体培养基的制备:

称取下列试剂:

- 牛肉膏 3.0 g。
- 蛋白胨 10.0 g。
- 氯化钠 5.0 g。

将上述试剂加水约 950 mL,在电炉上加热溶解后,趁热用四层医用脱脂纱布过滤于搪瓷量杯中,并用热水补充至 1 000 mL。用氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节 pH 值至 7.0 ± 0.2 ,并分装在 500 mL 锥形瓶中,每瓶分装量不超过其总容量的 2/3。塞上棉塞,用牛皮纸把瓶口包好,用蒸汽压力灭菌器于 $(121 \pm 1)^\circ\text{C}$ 灭菌 15 min~30 min。

6.2 试验用水的制备

6.2.1 将水分装在 100 mL 磨口锥形瓶中,塞上棉塞,每个瓶子的瓶口均用牛皮纸包扎以防污染,用蒸汽压力灭菌器于 $(121 \pm 1)^\circ\text{C}$ 灭菌 15 min~30 min。

6.3 刻度吸管的灭菌

6.3.1 将洗净并烘干后的刻度吸管粗端塞上医用脱脂棉,棉花量要适宜,长度大约 10 mm~15 mm,棉花不宜露在口外,多余的棉花可以用火焰烧掉。

6.3.2 每支刻度吸管用一条约 40 mm~50 mm 宽的牛皮纸条,以 45° 左右角度螺旋形卷起来,吸管的尖端在头部,粗端用多余的纸条折叠打结,不使散开,标上量度,若干支扎成一束,置电热干燥箱中,于 $(160 \pm 2)^\circ\text{C}$ 灭菌 2 h。

6.4 锥形瓶的灭菌

将锥形瓶的瓶口用棉塞塞紧,每个瓶子均用牛皮纸包扎以防污染,置电热干燥箱中,于 $(160 \pm 2)^\circ\text{C}$ 灭菌 2 h。

6.5 培养皿的灭菌

将洗净并烘干后的培养皿 10 个左右叠在一起,用牛皮纸卷成一筒,置电热干燥箱中,于 $(160\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 灭菌 2 h。

6.6 无菌箱(室)灭菌

把试验所用的无菌稀释水,无菌培养皿、无菌吸管等用品放入无菌箱(室)内,打开紫外线灯灭菌 30min。

6.7 试样的制备

6.7.1 试样可直接从敞开式循环水系统中采集,采集试样的循环水系统中异养菌总数在 10^5 cfu/mL~ 10^7 cfu/mL 范围内时,可直接使用。

6.7.2 采集的循环水系统中异养菌总数低于 10^5 cfu/mL 时,应按附录 A 规定进行富集培养,将循环水系统中的异养菌含量提高至 10^5 cfu/mL~ 10^7 cfu/mL 范围内,得到试样。控制试样中的营养成分不能过高,以防止在杀生剂评价过程中对试验结果产生影响。

7 评价方法

7.1 试验杀生剂与浓度

7.1.1 根据杀生剂的性能结合生产工艺条件(温度、pH 值、污染物、水稳配方等)选取几种相对较为合适的杀生剂进行试验。对某些杀生剂的性能尚未了解时,可按附录 B 规定通过抑菌圈法或最低抑菌浓度法试验了解其性能。

7.1.2 作为高效杀生剂,在一般循环冷却水的正常处理中,杀生剂投加浓度选择范围应根据杀生剂的特性、使用条件等,在一定范围内选取几个浓度等级进行试验。

7.1.3 为加药操作方便,试验前应将供试杀生剂原液用试验用水做稀释处理,稀释的程度以杀生剂稀释液加入到试样中后,刚好达到试验所需要的浓度(稀释好的杀生剂的体积与要加入试样的体积比不得超过 1:100)。杀生剂稀释液应现用现配。

7.2 试验步骤

7.2.1 一般性试验

7.2.1.1 本试验用于选择合适的杀生剂种类和恰当的投加浓度。

7.2.1.2 取 6.7 中制备好的异养菌含量在 10^5 cfu/mL~ 10^7 cfu/mL 的试样 200 mL,加入到锥形瓶中(具体瓶数由同一批次试验的杀生剂总数和浓度等级数而定),并加棉塞。

7.2.1.3 按 GB/T 14643.1 测定所取水样的异养菌存活菌数,即为同一批次试验的起始菌数。

7.2.1.4 将锥形瓶编号,每瓶对应地加入 7.1.3 中的杀生剂稀释液,充分摇匀。

7.2.1.5 将全部锥形瓶置于 $(29\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 的恒温生化培养箱中培养。

7.2.1.6 杀生剂加入后的第 4 小时、8 小时、12 小时、16 小时、20 小时、24 小时(具体测定时间根据杀生剂的特性、使用条件等确定)测定锥形瓶中异养菌总数,即为不同时间异养菌存活菌数。

7.2.1.7 杀生率以 w 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{\rho_0 - \rho_1}{\rho_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_0 ——起始菌数,单位以菌落数每毫升表示(cfu/mL);

ρ ——存活菌数,单位以菌落数每毫升表示(cfu/mL)。

7.2.1.8 根据不同时间和浓度的杀菌率结果绘制某一浓度的时间-杀生率曲线和某一时间的浓度-杀生率曲线。

7.2.2 其他试验,可根据杀生剂的应用场所、应用条件、应用温度、pH 值条件、药剂配方等条件的变化,在一般性试验的基础上做适当的条件改变,进行试验。

附 录 A
(规范性附录)
异养菌的富集培养

- A.1 取异养菌含量低于 10^5 cfu/mL 的循环水样 10 mL, 加入到 100 mL 的液体培养基中, 摇匀后置 $(29 \pm 1)^\circ\text{C}$ 下恒温培养 24 h 以上。
- A.2 吸取上述培养液适量, 加入异养菌含量低于 10^5 cfu/mL 的循环水样(一般培养液和循环水样的比例不超过 1 : 100)。
- A.3 为了使试样中菌数控制在 10^5 cfu/mL ~ 10^7 cfu/mL 范围, 应先做一系列的平皿计数, 以找出相应的大致关系。

附录 B
(规范性附录)
抑菌圈法和最低抑菌浓度法

B.1 抑菌圈法

将浸渍过不同杀生剂(根据试验的要求可以选用同一种杀生剂的不同浓度、不同的杀生剂的相同浓度等)的滤纸片放在含菌的固体培养基上,通过培养后测量滤纸片产生透明圈的直径,判断杀生剂的杀菌能效。

B.1.1 试验杀生剂与浓度

根据的性能结合生产工艺条件(温度、pH 值、污染物、水稳配方等)选取几种相对较为合适的杀生剂进行试验,也可选用不同杀生剂的不同浓度或同一杀生剂的不同浓度,试验前应将供试杀生剂原液用无菌蒸馏水稀释至所选择的浓度。

B.1.2 培养皿编号,标明所选杀生剂的名称和浓度。

B.1.3 用无菌移液管向培养皿中注入 6.8 中制备的试样 0.2 mL~0.5 mL,再向培养皿中注入约 10 mL~15 mL 融化后冷至(45±1)℃左右的固体培养基,将试样和培养基充分摇匀,冷却备用。

B.1.4 用无菌的镊子将直径 5 mm 的灭过菌的滤纸片在稀释好的待测杀生剂中浸渍片刻,取出后置于对应编号的带菌培养基平板(B.1.3 中制备的)中央,盖上培养皿盖。

注 1: 滤纸片实验前应用紫外线灯灭菌 30 min。

注 2: 同一杀生剂不同浓度的比较、不同杀生剂同一浓度的比较应使用同一种规格的滤纸片。

B.1.5 将 B.1.4 置于适宜的温度下培养一定时间(根据不同的试验条件而定),观察滤纸圆片的周围的透明的抑菌圈的有无或用游标卡尺测量抑菌圈的直径并记录,从而判断杀生剂杀菌能效的大小。

注: 抑菌圈法仅是一种能够定性或半定量的方法,而抑菌圈的大小受杀生剂在琼脂平板上的扩散能力(与杀生剂的性质、培养基的组成、培养温度都有关)影响很大,但由于这种方法操作简单、肉眼就可以辨认直观性好,因而可以对杀生剂起到一个初步筛选的作用。

B.2 最低抑制浓度法

将含菌试样接种到含有不同杀生剂(根据试验的要求可以选用一种杀生剂的不同浓度、不同的杀生剂等)的固体培养基上,在一定温度下培养一定时间(视试验要求而定)后,观察异养菌能否生长,从而判断杀生剂的杀菌能效。

B.2.1 试验杀生剂与浓度

根据杀生剂的性能结合生产工艺条件(温度、pH 值、污染物、水稳配方等)选取几种相对较为合适的杀生剂进行试验。也可根据杀生剂的特性在一定范围内选取几个浓度等级进行试验。

B.2.2 制备不同浓度的杀生剂溶液

将杀生剂原液用试验用水做稀释处理,稀释的程度使得杀生剂稀释液加入定量的培养基后,刚好达到试验所需要的浓度。

B.2.3 培养皿编号,标明所选杀生剂的名称和浓度。

B.2.4 用无菌移液管移取 B.2.2 中的杀生剂稀释液 1 mL,加入到对应编号的培养皿中,并立即在培养皿中定量注入冷却至(45±1)℃灭过菌的培养基 10 mL~15 mL,充分摇匀,冷却备用。

B.2.5 用微量进样器取 10 uL 的 6.7 的试样,然后置于含杀生剂的培养基平板(B.2.4 中制备的)中

央,盖上培养皿盖。

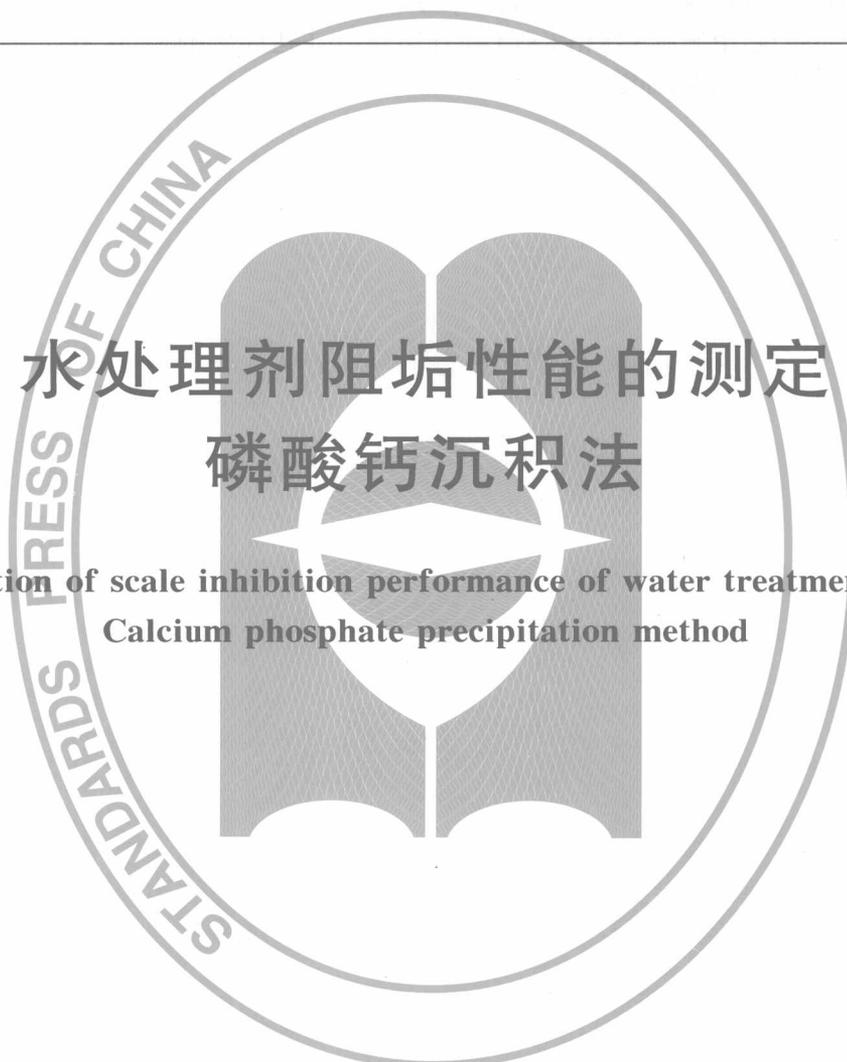
B.2.6 将 B.2.5 置于适宜的温度下培养一定时间(根据不同的试验条件而定),根据试样在含杀生剂平板生长情况,确定杀生剂对试样的最低抑菌浓度,从而判断杀生剂杀菌能效的大小。

注:最低抑菌浓度法是一种定量方法,它能比较好的反映出杀生剂的杀菌能效的大小,便于不同杀生剂之间抑菌效果的比较,然而,不同来源的测定数据常常存在差异,有的差异比较大,甚至同一个实验室不同批次的试验这种差异也难以避免。



中华人民共和国国家标准

GB/T 22626—2008



水处理剂阻垢性能的测定 磷酸钙沉积法

Determination of scale inhibition performance of water treatment agents—
Calcium phosphate precipitation method

2008-12-23 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:中海油天津化工研究设计院、天津正达科技有限责任公司。

本标准主要起草人:靳晓霞、孙继、王会、白莹、李琳。

水处理剂阻垢性能的测定

磷酸钙沉积法

1 范围

本标准规定了同类水处理剂抑制磷酸钙析出的阻垢性能的测定方法磷酸钙沉积法。
本标准适用于同类水处理剂抑制磷酸钙析出的阻垢性能的测定。

2 规范性引用文件

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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

GB/T 6904 工业循环冷却水及锅炉用水中 pH 值的测定

GB/T 6913 锅炉用水和冷却水分析方法 磷酸盐的测定(GB/T 6913—2008,ISO 6878:2004,NEQ)

3 方法提要

以含有一定量磷酸根和钙离子的配置水和水处理剂制备成试液,在加热条件下,促使磷酸根和钙离子形成磷酸钙。分析测定达到平衡后澄清液中的 PO_4^{3-} 浓度,以评定阻垢剂的阻垢性能,磷酸根离子浓度愈大,则该水处理剂的磷酸钙阻垢性能愈好。

4 试剂和材料

试验方法中所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

试验中所需标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

4.1 十水四硼酸钠。

4.2 磷酸根标准储备液:1 mL 约含 5 mg PO_4^{3-} 。

4.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.01 mol。

4.4 氯化钙标准储备液:1 mL 约含有 20 mg Ca^{2+} 。

4.4.1 制备

称取 57.81 g 无水氯化钙,精确至 0.01 g,用水溶解,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,过滤后待标。

4.4.2 标定

取 4.8.1 氯化钙标准储备液 10.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取 25.00 mL 稀释溶液置于 250 mL 锥形瓶中,加约 50 mL 水、5 mL 氢氧化钾溶液和约 0.1 g 钙-羧酸指示剂,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亮蓝色即为终点。

4.4.3 结果计算

钙离子(Ca^{2+})以质量浓度 ρ (Ca^{2+}) 计,数值以 mg/mL 表示,按式(1)计算:

$$\rho(\text{Ca}^{2+}) = \frac{V_2/1\,000 \times cM \times 10^3}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_2 ——滴定中消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,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,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——所取氯化钙稀释溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——钙离子(Ca^{2+})的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=40.08$)。

4.5 钙-羧酸指示剂:

称取 0.2 g 钙-羧酸指示剂[2-羧基-1(2-羧基-4-磺基-1-萘偶氮)-3-萘甲酸]与 100 g 氯化钾混合研磨均匀,贮存于磨口瓶中。

4.6 水处理剂试样溶液:1.00 mL 含有 1.00 mg 水处理剂(以干基计)。

5 仪器、设备

5.1 恒温水浴:温度可控制在 $(80 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

5.2 锥形瓶:500 mL,配有装了 ϕ 为 5 mm~10 mm,长约 300 mm 玻璃管的胶塞。

5.3 分光光度计。

6 试验用水

6.1 配制水

6.1.1 称取 1 g 研细的四硼酸钠粉剂于 100 mL 烧杯中,加入约 50 mL 去离子水,加热溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,再加入约 900 mL 去离子水。

6.1.2 准确加入 1 mL 磷酸盐贮备液于上述容量瓶中,用去离子水补至刻度,充分摇荡均匀。该液含 PO_4^{3-} 5 mg/L,pH 值 9.0 左右。

6.1.3 取 500 mL 容量瓶,用 6.1.2 试液润洗后,加入试验所需阻垢剂及 6.1.2 试液 400 mL,再用移液管缓慢加入一定体积的氯化钙标准溶液(边加边摇动),使钙离子的浓度为 100 mg/L,补加 6.1.2 试液至容量瓶刻度线,充分摇荡均匀。

6.1.4 另取一 500 mL 容量瓶,除不加水处理剂试样溶液外,其余操作步骤同 6.1.3,该溶液作为空白试液。

6.2 现场水

当为现场筛选配方时,可用现场水作为试验用水。现场水可直接取生产补充水,也可配制成生产补充水,还可以根据需要往生产补充水或配制的生产补充水中补加钙离子等至浓缩倍数要求的指标。若采用碳酸钙沉积试验法中蒸发浓缩的试验步骤,则必须先加磷酸钙阻垢剂,后加 PO_4^{3-} 。为防止试验中由于碳酸钙的沉积而加速磷酸钙沉积的相互干扰作用,在加磷酸钙阻垢剂的同时还需要加碳酸钙阻垢剂等复合药剂。

7 试验步骤

将试液(6.1.3)和空白试液(6.1.4)分别置于两个洁净的锥形瓶(5.2)中,两锥形瓶浸入恒温水浴中(试液的液面不得高于水浴的液面),当水浴温度升至 $(80 \pm 1)^\circ\text{C}$ 时,开始计时,恒温静置 10 h。

试验满 10 h 后,趁热用中速定性滤纸过滤。滤液快速冷却至室温后,分别按 GB/T 6913 和 GB/T 6904 测定 PO_4^{3-} 浓度和 pH 值。

8 结果计算

磷酸钙阻垢性能以 η 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$\eta = \frac{\rho_4 - \rho_3}{\rho_0 - \rho_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_4 ——加入水处理剂的试液(6.1.3)试验后的 PO_4^{3-} 浓度的实际的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_3 ——不加水处理剂的试液(6.1.4)试验后的 PO_4^{3-} 浓度的实际的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——试验前的试液(6.1.2)实测 PO_4^{3-} 浓度的实际的数值,单位为毫克每升(mg/L)。

9 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5%。



水处理药剂阻垢性能测定方法
鼓 泡 法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用鼓泡法测定水处理药剂抑制碳酸钙垢析出的阻垢性能的实验室方法。
本标准在原理上也适用于测定水处理药剂抑制碳酸锶或碳酸钡垢析出的阻垢性能。

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
GB 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

3 方法提要

冷却水中的结垢,通常是由于水中的碳酸氢钙在受热和曝气条件下分解,生成难溶的碳酸钙垢而引起的。其反应式可以表示为:



本方法以含有 $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ 的配制水和水处理药剂制备成试液(模拟冷却水)。为了模拟冷却水在换热器中受热和在冷却塔中曝气两个过程,本方法在升高了的温度下,向试液中鼓入一定流量的空气,以带走其中的二氧化碳,使反应式(1)的平衡向右侧移动,促使碳酸氢钙加速分解为碳酸钙,试液迅速达到其自然平衡 pH。然后测定试液中钙离子的稳定浓度。钙离子的稳定浓度愈大,则该水处理药剂的阻垢性能愈好。

4 试剂和材料

试验方法中,除特殊规定外,只应使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

试验中所需标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备。

- 4.1 氢氧化钾(GB 2306):200g/L 溶液。
4.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB 1401): $c(\text{EDTA})=0.01\text{mol/L}$ 标准溶液。
4.3 盐酸(GB 622): $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 标准溶液。
4.4 钙黄绿素-酚酞混合指示剂:称取 0.20g 钙黄绿素,0.070g 酚酞(GB 10729),置于玻璃研钵中,加入 20g 经 120℃ 烘干后的氯化钾(GB 646)研细混匀,贮于棕色磨口瓶中。
4.5 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂:3 体积 1.00g/L 溴甲酚绿(HG 3-1220)乙醇溶液与 1 体积 2.00g/L 甲基红(HG 3-958)乙醇溶液混合。
4.6 碳酸氢钠(GB 640)。
4.7 碳酸氢钠溶液(GB 640):约 25.3g/L 溶液。

制备:称取 25.3g 碳酸氢钠(4.6)于 100mL 烧杯中,用水溶解,定量转移至 1 000mL 容量瓶中,用水

稀释至刻度,摇匀。

标定:移取碳酸氢钠溶液 5.00mL 于 250mL 锥形瓶中,加约 50mL 水、4 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂(4.5),用盐酸标准滴定溶液(4.3)滴定至溶液由浅蓝色突变为浅紫色即为终点,记下所消耗盐酸标准滴定溶液(4.3)的体积 V_1 。

4.8 无水氯化钙。

4.9 氯化钙溶液:约 16.7g/L 溶液。

制备:称取 16.7g 无水氯化钙(4.8)于 100mL 烧杯中,用水溶解,定量转移至 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

标定:称取 2.00mL 氯化钙溶液于 250mL 锥形瓶中,加约 80mL 水 5mL 氢氧化钾溶液(4.1)、约 30mg 钙黄绿素-酚酞混合指示剂(4.4),在黑色背景下,用滴定管(5.2)移取 EDTA 标准滴定溶液(4.2)滴定至溶液的黄绿色荧光突然消失并出现红色时,即为终点。记下所消耗 EDTA 标准滴定溶液(4.2)的体积 V_2 。

5 仪器、设备

5.1 实验装置(见图 1):

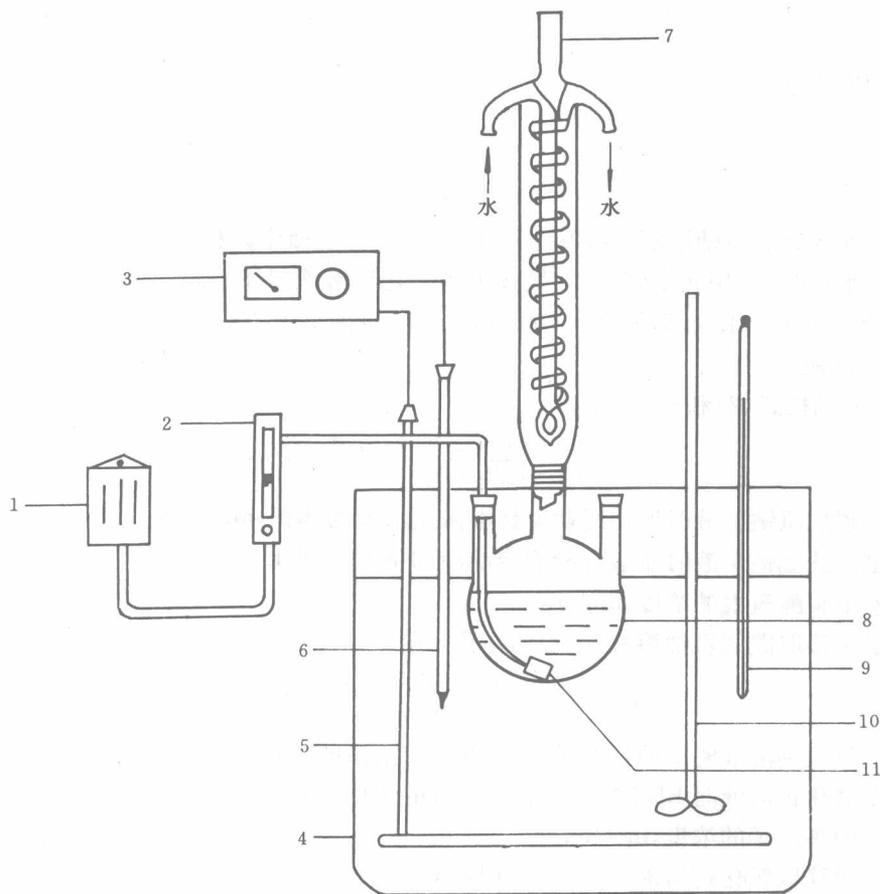


图 1 实验装置

1—鼓气装置;2—气体转子流量计;3—控温仪;4—恒温水浴;5—电加热器;6—测温探头

7—玻璃冷凝器;8—三颈烧瓶;9—温度计;10—搅拌器;11—鼓泡头

5.1.1 气体转子流量计:16~160L/h;

- 5.1.2 控温仪:0~100℃;
 5.1.3 恒温水浴:温度控制在60℃±0.2℃;
 5.1.4 玻璃冷凝器:内冷式,磨口29mm/32mm,长300mm。
 5.1.5 三颈烧瓶:磨口29mm/32mm,500mL;
 5.1.6 温度计:50℃~100℃,分刻度0.1℃;
 5.1.7 鼓泡头;砂芯,圆球形(直径25mm)或圆柱形(直径20mm,长24mm);
 5.2 滴定管(酸式):50mL;
 5.3 滴定管(酸式):10mL。

6 水处理剂样品

6.1 水处理剂样品溶液:1.00mL含有0.500mg水处理药剂(以干基计),也可以根据需要,配成其他浓度。

制备:用减量法称取 a_1 克水处理剂样品,精确至0.0002g,于500mL容量瓶中;加水溶解,用水稀释至刻度,摇匀。

a_1 值按式(1)计算

$$a_1 = \frac{0.500 \times 500}{1\,000 \cdot X_1} = \frac{0.250}{X_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: X_1 ——样品中固体分的百分含量,%。

7 测定步骤

7.1 试液制备

用滴定管(5.2)加入碳酸氢钠溶液(4.7) a_2 mL于500mL容量瓶中。移入5.00mL水处理剂样品溶液(6.1),加250mL水,摇匀。用滴定管(5.2)缓慢加入氯化钙溶液(4.9) a_3 mL,用水稀释至刻度,摇匀,即制备成1L中含有5.00mg水处理药剂、240mg(6.00mmol)钙离子(Ca^{2+})和732mg(12.0mmol)碳酸氢根离子(HCO_3^-)的试液。

a_2 和 a_3 的值可分别按式(2)和式(3)计算:

$$a_2 = \frac{0.012\,0 \times 500}{V_1 \cdot c_1 / 5.00} = \frac{30.0}{V_1 \cdot c_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_1 ——标定碳酸氢钠溶液时所消耗盐酸标准滴定溶液的体积,mL;

c_1 ——标定碳酸氢钠溶液时盐酸标准滴定溶液的浓度,mol/L;

0.012 0——试液中碳酸氢根的浓度,mol/L;

5.00——标定时移取碳酸氢钠溶液(4.7)的体积,mL。

$$a_3 = \frac{0.006\,00 \times 500}{V_2 \cdot c / 2.00} = \frac{6.00}{V_2 \cdot c} \dots\dots\dots (3)$$

式中: V_2 ——标定氯化钙溶液时所消耗EDTA标准滴定溶液的体积,mL;

c ——标定氯化钙溶液时EDTA标准滴定溶液的浓度,mol/L;

0.006 00——试液中钙离子的浓度,mol/L;

2.00——标定时移取氯化钙溶液(4.9)的体积,mL。

7.2 阻垢性能测定

量取约450mL试液(7.1)于500mL三颈烧瓶中。将此烧瓶浸入60±0.2℃的恒温水浴中,按(5.1)安装,同时,以80L/h的流量鼓入空气。经6h后,停止鼓入空气,取出三颈烧瓶,放至室温,此溶液即为钙离子稳定浓度溶液。移取25.00mL此溶液于250mL锥形瓶中,加约80mL水。除改用10mL滴定管(5.3)外,按标定氯化钙溶液的方法,测定钙离子的稳定浓度。记下所消耗的EDTA标准滴定溶液(4.2)

的体积 V_3 。

8 测定结果的表述

水处理药剂的阻垢性能以钙离子稳定浓度 $X(\text{mg/L})$ 表示,按式(4)计算:

$$X = \frac{V_3 \cdot c \times 40.08}{25.00} \times 1000 = 1603 \times V_3 \cdot c \dots\dots\dots (4)$$

式中: V_3 ——测定钙离子稳定浓度时所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

c ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

25.00——移取钙离子稳定浓度溶液的体积, mL;

40.08——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的,以毫克表示的钙离子的质量。

所得结果应表示至二位小数。

9 允许差

取两次测定结果的算术平均值为测量结果。

聚丙烯酸及其钠盐,两次测定结果绝对差值:钙离子稳定浓度在 25~50 mg/L 范围内,不大于 1.5 mg/L,不同试验室测定结果之差,不大于 3.4 mg/L。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由南京化工学院负责起草。

本标准主要起草人周本省、杨金相、陆建英、冯志英。

ICS 71.040.40
G 76
备案号:20495—2007

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3924—2007

锅炉水处理药剂性能评价方法 动态法

Standard test method for performance of boiler water treatment
chemicals—dynamic simulation method

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准针对锅炉水处理药剂性能的测试方法而订。

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:张超、朱传俊、邵宏谦。

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

锅炉水处理药剂性能评价方法 动态法

1 范围

本标准规定了在燃煤、燃油、燃气以及电加热等形式的常压或低压锅炉中使用的炉内水处理化学品(以下称水处理药剂)的缓蚀和阻垢性能动态模拟试验的技术要求和试验方法。

本标准适用于额定压力小于或等于 2.5 MPa 以水为介质的蒸汽锅炉、汽水两用锅炉以及以水为介质的固定式承压热水锅炉和常压热水锅炉的锅水中添加的水处理药剂的阻垢性能、炉内液相缓蚀性能、炉内汽相缓蚀性能和对蒸汽冷凝水的管道缓蚀性能测定。炉外水处理设备以及物理方法锅炉水处理器的阻垢、缓蚀性能测定也可参照使用。

2 规范性引用文件

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 150 钢制压力容器
- GB 1576 工业锅炉水质
- GB/T 6903 锅炉用水和冷却水分析方法
- GB 6904.1 锅炉用水和冷却水分析方法 pH测定 玻璃电极法
- GB 6905.1 锅炉用水和冷却水分析方法 氯化物的测定 摩尔法
- GB 6907 锅炉用水和冷却水分析方法 水样的采集方法
- GB 6908 锅炉用水和冷却水分析方法 电导率的测定
- GB 6909.1 锅炉用水和冷却水分析方法 硬度的测定
- GB 6910 锅炉用水和冷却水分析方法 钙的测定 络合滴定法
- GB 6911.1 锅炉用水和冷却水分析方法 硫酸盐的测定 重量法
- GB 6913.2 锅炉用水和冷却水分析方法 磷酸盐的测定 总无机磷酸盐
- GB 6913.3 锅炉用水和冷却水分析方法 磷酸盐的测定 总磷酸盐
- GB/T 15451 工业循环冷却水中碱度测定方法
- GB/T 18175 水处理剂缓蚀性能的测定 旋转挂片法
- HG/T 3523 冷却水化学处理标准腐蚀试片 技术条件
- JB 4730 压力容器无损检测

3 术语

3.1

低压锅炉 low pressure boilers

容积大于或等于 30 L,额定压力小于或等于 2.5 MPa,以水为介质用于产生蒸汽或提供热水的密闭承压锅炉。

3.2

热水锅炉 hot water boilers

常压或出口压力小于等于 0.1 MPa,只用于提供热水的锅炉。

3.3

炉内化学处理 in-boilers chemical treatment

通过在给水中添加水处理药剂,并在锅炉内部与被加热介质发生化学反应,从而阻止锅炉的换热部分与输水、输气管路发生结垢和金属腐蚀的化学水处理方法。

3.4

锅炉水处理药剂 water treatment chemicals for boilers

用于防止锅炉系统结垢和金属腐蚀的各种水处理化学品。

3.5

给水 feed water

向锅炉内供给的自然水或经过处理的水。

3.6

锅水 boilers water

锅炉的锅筒中容纳的用于加热后产生蒸汽或提供热水的水。

3.7

阻垢率 prevent scale rate

经过化学或物理方法处理的水与未经处理的水的换热效果之比,以百分数表示。

3.8

缓蚀率 prevent corrosion rate

经过化学或物理方法处理的水与未经处理的水对金属的腐蚀作用之比,以百分数表示。

3.9

腐蚀速率 corrosion rate

以金属被腐蚀产生失重而算得的平均腐蚀速率,单位以 mm/a 表示。

4 方法提要

锅炉水处理药剂性能评价方法——动态法是在实验室给定条件下,模拟常压或低压锅炉实际运行时的锅内压力、锅水温度、蒸发速率、给水水质、金属材质等主要参数,通过埋设在锅炉钢管表层下的测温元件,检测在锅炉钢管表面结垢后的垢下温度的变化,以及测试悬挂在锅水、锅内蒸汽和蒸汽冷凝水中的标准试片失重的方法,对锅炉水处理药剂的阻垢和缓蚀性能进行评价的测试方法。

5 试验装置(见图 1)

5.1 模拟锅炉

5.1.1 主体材质

厚度不小于 6 mm 20 G 锅炉钢,外壁加保温层。

5.1.2 液相室

5.1.2.1 尺寸:内径不小于 DN150 mm,长度随容积确定。

5.1.2.2 有效容积:不大于 25 L。

5.1.2.3 一端用椭圆封头焊接封死,另一端焊接相应尺寸的法兰。

5.1.2.4 与汽相室用两根不小于 DN150 mm 锅炉钢材质的连通管连通。

5.1.2.5 底部设排污口,连接管直径不小于 DN25 mm。

5.1.2.6 适当位置留有测量炉内液体温度接口以及可取出的挂片架。

5.1.3 汽相室

5.1.3.1 有效容积不小于液相室的 1/3。

5.1.3.2 两端用椭圆封头焊接封死。

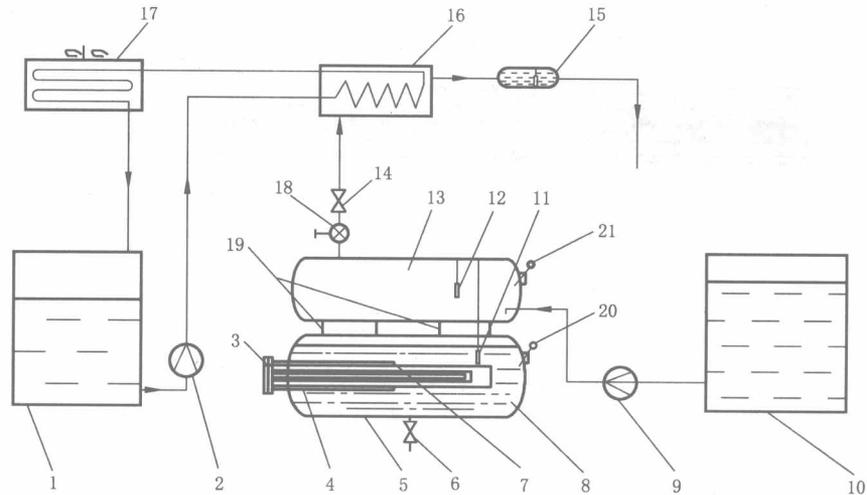
- 5.1.3.3 上部设有蒸汽出口,连接管直径不小于 DN15 mm。
 5.1.3.4 上部设有限压安全保护装置,压力设定值 2.6MPa。
 5.1.3.5 适当位置留有测量炉内气体温度接口以及可取出的挂片架。
 5.1.3.6 适当位置留有给水进水口,进水管直径不小于 DN15 mm。

5.1.4 水位测量接口

适当位置留有锅水水位测量接口。

5.1.5 参照标准

加工符合 GB 150 要求,焊缝参照 JB 4730 进行探伤检测。模拟锅炉整体液压试验压力为 4.1MPa。



- 1——冷却水箱;
 2——循环冷却水泵;
 3——测温元件引出线;
 4——结垢测试组件;
 5——模拟锅炉;
 6——排污阀;
 7——测温元件;
 8——模拟锅炉液相室;
 9——给水泵;
 10——给水箱;
 11——液相挂片架;
 12——汽相挂片架;
 13——模拟锅炉汽相室;
 14——蒸汽调节阀;
 15——冷凝水挂片器;
 16——蒸汽冷凝器;
 17——冷却器;
 18——减压阀;
 19——连通管;
 20——液相测温点;
 21——汽相测温点。

图 1 动态评价装置示意图

5.2 结垢测试组件(见图 2)

5.2.1 结构

内管是一空心圆管,一端用钢板焊接封死,另一端焊接与模拟锅炉液相室(5.1.2.3)相同规格法兰。

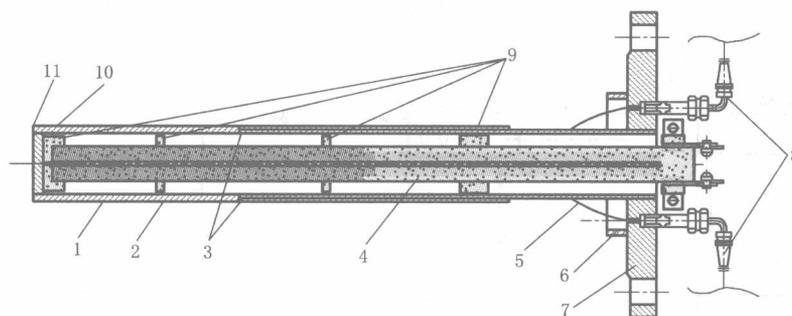
内管内放加热元件,内管外表面开槽埋入测温元件,埋入测温元件后内管外表面包 1.5 mm~2 mm 20 G 锅炉钢板对口焊接,两端与内管密封焊接,包覆钢板焊缝车平。外包钢板也可用内径与内管外径能够紧密配合,壁厚不超过 2 mm 的锅炉钢管,埋入测温元件后两端与内管密封焊接的方法代替。

5.2.2 外包钢板内表面

应与测温元件紧密接触。

5.2.3 内管

5.2.3.1 尺寸:DN 50 mm×600 mm。



- 1——内管;
- 2——外包钢板;
- 3——测温元件;
- 4——加热元件;
- 5——测温元件引出线;
- 6——安装止口;
- 7——安装法兰;
- 8——测温元件引出线接头;
- 9——加热元件支撑;
- 10——封头钢板;
- 11——焊缝。

图 2 结垢测试组件结构示意图

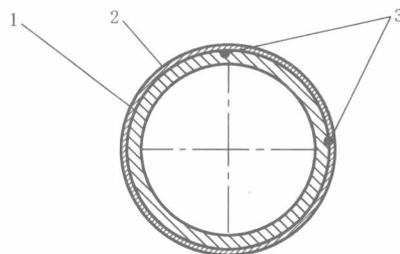
5.2.3.2 材质:壁厚不小于 5 mm 20 G 锅炉钢。

5.2.4 测温元件

5.2.4.1 分度号:K 或测温范围 0~600℃ 其他类型热电偶。

5.2.4.2 尺寸:φ2 mm,长度 400 mm。

5.2.4.3 安装方法:参照 5.2.1 结构,内管外表面开 2 mm 深的槽,在内管和外包钢板之间的上部和横向分别埋设,埋设数量不少于 2 支。测温元件引出线也埋于槽内,见图 3。



- 1——内管;
- 2——外包钢板;
- 3——测温元件。

图 3 测温元件埋设示意图

5.2.5 加热元件

φ35 mm×600 mm 单端接线槽型硅碳棒,功率不小于 5kW。

5.2.6 加热元件支撑

高温刚玉陶瓷。

5.3 挂片架

5.3.1 材料

φ4 mm 聚四氟乙烯或能耐 230℃ 以上温度的非金属丝。

5.3.2 悬挂的试片

不得与炉体金属部分接触。

5.4 减压阀

蒸汽减压,减压比 5:1~20:1。

5.5 蒸汽冷凝器

管程或壳程,换热面积不小于 0.2 m²。

5.6 冷却器

风机盘管式,换热量不小于 3 000 W。

5.7 水箱

5.7.1 给水箱

材质为不锈钢或塑料,容积不小于 200 L。

5.7.2 冷却水箱

材质为不锈钢或塑料,容积不小于 200 L。

5.8 水泵

5.8.1 给水泵

出口压力 3MPa,流量不小于 30 L/h,供水量连续可调,应选用变频泵。

5.8.2 循环冷却水泵

扬程 8 m,流量 0.5 m³/h。

5.9 管路系统

DN15 304 不锈钢,冷凝器之后以及循环冷却水管路可用不锈钢或塑料管。

5.10 信号采集和仪表控制系统

5.10.1 垢下温度

5.10.1.1 测温元件:5.2.4.1 条款中要求的热电偶 2 支。

5.10.1.2 测温仪表:配合测温元件,能够显示两点温度。系统测量误差应达到±1℃。

5.10.1.3 仪表输出:1 V~5 V 或 4 mA~20 mA。

5.10.2 炉内液相及汽相温度

测温元件为精度 0.2 级 Pt100 热电阻,仪表为带信号输出和报警接点的数字显示型仪表。信号输出给记录装置或计算机,报警接点作为超温报警使用。

5.10.3 炉内压力

汽相室压力取样点不少于 2 处,一处使用电接点压力表作为超压报警使用;另一处使用压力传感器,将检测到的压力信号传送给显示仪表或自动记录装置。

5.10.4 模拟锅炉水位

使用带信号远传的磁翻板液位计或其他方式的液位传感器。远传信号为 1 V~5 V 或 4 mA~20 mA 模拟信号,传送给控制仪表。控制仪表设定锅水水位,其输出控制给水泵或通过变频器控制变频给水泵,使水位保持恒定。水位误差不超过±2%。

5.10.5 加热功率控制

5.10.5.1 检测信号:50/5 电流互感器的加热电流、加热电压。

5.10.5.2 控制仪表:可显示和设定功率的功率控制器,显示小数点后两位,控制精度应达到 $\pm 1\%$ 。

5.10.5.3 仪表控制输出:可控硅触发信号。

5.10.5.4 控制元件:耐压 250 V/30 A 单相可控硅或功率控制器。

5.10.5.5 仪表信号输出:1 V~5 V 或 4 mA~20 mA。

5.10.6 循环冷却水控制

冷却水箱 5.7.2 内设置水温检测点,通过控温仪表控制蒸汽冷却水温度,控温范围 $(50\pm 3)^\circ\text{C}$ 。冷却水箱底部的放水口并联一个电磁阀,电磁阀受控温仪表输出接点控制。超过设定水温时打开电磁阀排水并自动补进冷水。

5.10.7 锅内液相和汽相温度

在锅内液相和汽相部位处设置测温点(图 1 中的 20、21),测温元件为 Pt100 热电阻或分度号 K 热电偶,通过测温仪表显示测量的温度。

5.10.8 记录及曲线绘制

可以使用多点纸介质或无纸记录仪接收 1 V~5 V 或 4 mA~20 mA 信号,实时记录垢下温度、汽相温度、液相温度、加热功率、炉内压力等数值和曲线,记录仪的输出信号可以传送给 DCS 计算机系统,进行数据处理和控制。

6 试验用水

6.1 按附录 A 配制用于阻垢性能、缓蚀性能和阻垢缓蚀性能的试验用水。

6.2 也可使用现场提取的锅炉给水,单次试验取水量不少于 0.5t。现场采集的锅炉给水,按照 GB 6907 对水样进行采样分析,水质应符合 GB 1576 标准中给水的要求。

7 试验前准备

7.1 测试组件(5.2)的表面处理

7.1.1 打磨

先用 2#(粒度 60)粗砂纸将金属表面的附着物、锈蚀斑点粗磨去,再用 0#(粒度 150)的细砂纸进一步打磨,之后用清水冲洗干净。

7.1.2 碱洗

用毛刷蘸 10%氢氧化钠水溶液刷洗测试组件表面后用清水冲洗,反复两遍,去掉表面油污。

7.1.3 酸洗

将测试组件放入一筒状容器中,加有缓蚀剂的盐酸溶液(5%盐酸+0.3%六次甲基四胺)中浸泡 15 min,取出后用清水冲洗干净。根据表面结垢情况,也可以用硝酸或硫酸溶液清洗。

7.1.4 中和

将测试组件放入 1%氢氧化钠+0.3%苯胺溶液中浸泡 10 min,之后用清水冲洗干净。

7.1.5 脱水

用无水乙醇擦拭测试组件表面,自然风干后待用。

7.2 计算试片面积

用千分之一卡尺测量试片的长、宽、厚尺寸,计算出试片全部六个面面积之和,单位以 mm^2 表示,精确到小数点后 2 位。

7.3 试片处理

符合 HG/T 3523 规定的碳钢试片,先用软纸将新试片表面防锈油脂擦拭干净,再分别浸泡在石油醚或无水乙醇中,用脱脂棉反复擦洗,取出后用滤纸吸干,置于干燥器中 4h,取出用万分之一天平称量,读数精确到 0.000 1 g。称重后放回到干燥器中待用。

7.4 悬挂试片(缓蚀剂缓蚀性能试验时进行)

试验前在模拟锅炉(5.1)中液相(图1中11)、汽相(图1中12)和蒸汽冷凝水(图1中15)部位,用非金属丝悬挂好试片,试片不得与金属壁接触。

7.5 安装测试组件(5.2)

将测试组件整体装入模拟锅炉内,测试组件法兰与模拟锅炉法兰之间加石墨密封垫圈,对称拧紧固定螺栓,最后连接好测温元件引出线接头(图2中的8)。

7.6 仪表的校正

未向锅内注水前,对温度、液位、功率等计量仪表以及加药计量泵进行校正。

7.7 模拟锅炉内注水

开启给水泵向模拟锅炉内注水,水位不超过满水位的2/3。

8 试验步骤

8.1 空白试验

8.1.1 开机

8.1.1.1 加热升温。接通加热电源,为避免加热元件骤热断裂,先将加热功率调节到0.5 kW加热30 min后,调整功率为1.5 kW升温至产生蒸汽。

8.1.1.2 调整压力。产生蒸汽后,将蒸汽调节阀(图1中14)关紧,压力升至附录A中表A.1压力等级选定的压力 P 时,缓慢开启蒸汽调节阀,并调整减压阀(图1中18)使产生的蒸汽稳定。

8.1.1.3 蒸汽冷凝。开启循环冷却水泵和冷凝装置,冷却水的流量应保持基本恒定;正常运行时冷却水箱的温度差控制在 5°C 以内,可以通过排放热水同时补充冷水方法调节。

8.1.1.4 加热功率调整。开启冷却水后压力下降,调整加热功率使压力逐步回到初始数值 P ,并保持稳定。

8.1.1.5 蒸发量调整。在蒸汽冷凝水出口处,用1L量筒接取冷凝水并计时,换算的蒸发量应在 $(2\pm 0.2)\text{L/h}$ 范围内,如果超出此范围,重复8.1.1.4。把冷凝水收集到容器中。

8.1.1.6 记录数据。压力和加热功率调整后,30 min内压力波动在 $(P\pm 0.03)\text{MPa}$ (试验压力 P 值的确定见表A.1),加热功率波动在 $\pm 1\%$ 范围内时,算作系统运行稳定,此刻按附录B中表B.1内容记录的数据为初始数据。以后每间隔一小时填写一次试验记录。

8.1.2 排污及锅水分析

8.1.2.1 排污。每24 h排污一次,排污量1 L,记录每次排污时间和排污量。

8.1.2.2 锅水分析。每次收集的排污水自然冷却到室温后,对水质成分进行分析,分析方法按GB/T 6904.1(pH)、GB/T 6908(电导)、GB/T 6905.1(氯离子)、GB/T 6909.1(硬度)、HG/T 5—1502(碱度)进行。按附录B式(B.1),以氯离子浓度方法计算出的浓缩倍数超过10倍时,适当增加排污次数或排污量。每次排污水集中收集到容器内。

8.1.3 试验结束

当连续24 h两点垢下温度平均值变化小于 1°C 时结束空白试验,记录试验所用时间和冷凝水总量 $V_{\text{空}}(\text{L})$ 。每次试验时间一般不少于12天。

8.2 加药试验

按水处理药剂使用说明书的添加量,将药剂添加到给水箱(图1中的10)中搅拌均匀。与空白试验8.1相同的水质、相同的操作条件,当冷凝水收集量与空白试验冷凝水总量 $V_{\text{空}}$ 相同时结束加药试验,并记录试验时间。加药试验与空白试验排污量相等。

9 试验后处理

9.1 每一次试验结束后,待模拟锅炉内的锅水温度自然降至室温后,将水排出并与每次排污收集到的排污水一起存储在容器中,静置24 h后取上清液,按8.1.2.2对水质进行分析。

- 9.2 收集的锅水和排污水去除上清液,沉积物用滤纸过滤后留用。
- 9.3 松开结垢测试组件固定螺栓将其取出,用电吹风冷风吹干。观察测试组件表面结垢情况并用显微镜观察水垢形貌。
- 9.4 将打开的模拟锅炉底部沉积物充分收集,与 9.2 收集的沉积物合并一起,放入 110℃烘箱中干燥至恒重,称取质量,比较空白和加药试验沉积物质量差。
- 9.5 取下悬挂在液相、汽相和冷凝水测试点处的试片,清水冲洗后放入 5%盐酸+0.2%六次甲基四胺溶液中浸泡 20 min 取出,再用清水冲洗后浸入 3%氢氧化钠+0.2%苯胺溶液中浸泡 10 min,取出蒸馏水冲洗、滤纸吸干水分,无水乙醇脱水、滤纸吸干,放入干燥器 4 h 后取出称重。

10 结果计算

10.1 以℃/kW 表示的垢下温度变化率(S)按式(1)计算:

$$S = K_1 - K_0 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

K_1 ——试验结束时单位功率对应的温度变化量, $K_1 = \frac{(t_{a1} + t_{b1})/2 - T_1}{P_1}$;

K_0 ——试验起始时单位功率对应的温度变化量, $K_0 = \frac{(t_{a0} + t_{b0})/2 - T_0}{P_0}$;

$(t_{a1} + t_{b1})/2$ ——试验结束前两点垢下温度平均值,单位为摄氏度(℃);

$(t_{a0} + t_{b0})/2$ ——试验起始压力稳定后两点垢下温度平均值,单位为摄氏度(℃);

P_1 ——试验结束时加热功率,单位为千瓦(kW);

P_0 ——试验起始时加热功率,单位为千瓦(kW);

T_1 ——试验结束时锅内液相温度,单位为摄氏度(℃);

T_0 ——试验起始时锅内液相温度,单位为摄氏度(℃)。

10.2 以百分数(%)表示的阻垢率(S_p)按式(2)计算:

$$S_p = \frac{S_0 - S_1}{S_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

S_0 ——空白试验 8.1 得到的垢下温度变化率,单位为摄氏度每千瓦(℃/kW);

S_1 ——加药试验 8.2 得到的垢下温度变化率,单位为摄氏度每千瓦(℃/kW)。

10.3 碱度比(D_r)按式(3)计算:

$$D_r = \frac{r_c}{r_s} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

r_c ——试验结束收集锅水的碱度(以碳酸钙计),单位为毫克每升(mg/L);

r_s ——试验给水的碱度(以碳酸钙计),单位为毫克每升(mg/L)。

10.4 沉积物质量比(B_m)按式(4)计算:

$$B_m = \frac{m_2}{m_1} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——空白试验 8.1,按 9.5 方法得到的沉积物质量,单位为克(g);

m_2 ——加药试验 8.2,按 9.5 方法得到的沉积物质量,单位为克(g)。

10.5 平均腐蚀率(C_r)以 mm/a 表示,按式(5)计算:

$$C_r = 1.115 \ 924 \times 10^6 \frac{M_0 - M}{St} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

M_0 ——初始时称量的碳钢试片质量,单位为克(g);

M ——试验结束时称量的碳钢试片质量,单位为克(g);

S ——碳钢试片的表面积,单位为平方毫米(mm^2);

t ——试验时间,单位为小时(h);

1.115 924 $\times 10^6$ ——折算为毫米每年(mm/a)的换算系数。

10.6 缓蚀率(δ)以百分数(%)表示,按式(6)计算:

$$\delta = \frac{C_{r0} - C_{r1}}{C_{r0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

C_{r0} ——空白试验 8.1 得到的平均腐蚀率,单位为毫米每年(mm/a);

C_{r1} ——加药试验 8.2 得到的平均腐蚀率,单位为毫米每年(mm/a)。

10.7 液相、汽相和冷凝水部位测试的平均腐蚀率,分别用液相腐蚀率(C_{r1})、汽相腐蚀率(C_{r2})和冷凝水腐蚀率(C_{rc})表示,均按式(4)计算。

10.8 液相、汽相和冷凝水部位测试的缓蚀率,分别用液相缓蚀率(δ_1)、汽相缓蚀率(δ_2)和冷凝水缓蚀率(δ_c)表示,均按式(5)计算。

11 试验报告主要内容

11.1 试验给水水质。

11.2 操作参数,如加热功率、运行压力、蒸发量、循环冷却水温度、排污方式等。

11.3 加药方式和加药量。

11.4 试验过程中的锅水水质。

11.5 结垢检测组件的表观照片和垢型显微照片。

11.6 垢下温度随时间变化曲线。

11.7 试验数据项目。

附 录 A
(规范性附录)
标准给水的制备

A.1 试剂

- A.1.1 无水氯化钙。
A.1.2 无水硫酸镁。
A.1.3 碳酸氢钠。
A.1.4 氯化钠。

A.2 仪器设备

- A.2.1 电子天平。
A.2.2 玻璃仪器。

A.3 阻垢性能试验给水的配制

A.3.1 初始配制水:称取无水氯化钙 100 g、无水硫酸镁 36 g,溶于 3 L 水中,搅拌均匀溶解后,转移至给水箱(图 1 中的 10)中,加水稀释至 180 L;另称取碳酸氢钠 66 g,用 3 L 水将碳酸氢钠均匀溶解后,转移至给水箱中搅拌均匀,用水稀释至 200 L。

A.3.2 补充配制水:按总硬度 $6 \text{ mmol/L}(3/4\text{Ca}^{2+} + 1/4\text{Mg}^{2+})$ 、碱度 $4 \text{ mmol/L}(\text{HCO}_3^-)$ 配制。

A.4 缓蚀性能试验给水的配制

A.4.1 初始配制水:称取无水氯化钙 33.3 g、无水硫酸镁 12 g、氯化钠 117 g,溶于 3 L 水中,搅拌均匀溶解后,转移至给水箱(图 1 中的 10)中,加水稀释至 180 L;另称取碳酸氢钠 33.6 g,用 3 L 水将碳酸氢钠均匀溶解后,转移至给水箱中搅拌均匀,用水稀释至 200 L。

A.4.2 补充配制水:按总硬度 $(3/4\text{Ca}^{2+} + 1/4\text{Mg}^{2+})2 \text{ mmol/L}$ 、碱度 $(\text{HCO}_3^-)2 \text{ mmol/L}$ 、氯离子 (Cl^-) 10 mmol/L 配制。

A.5 阻垢缓蚀性能试验给水的配制

A.5.1 初始配制水:称取无水氯化钙 100 g、无水硫酸镁 36 g、氯化钠 117 g,溶于 3 L 中,搅拌均匀溶解后,转移至给水箱(图 1 中的 10)中,加水稀释至 180 L;另称取碳酸氢钠 33.6 g,用水去离子 3 L 将碳酸氢钠均匀溶解后,转移至给水箱中搅拌均匀,用水稀释至 200 L。

A.5.2 补充配制水:按总硬度 $(3/4\text{Ca}^{2+} + 1/4\text{Mg}^{2+})6 \text{ mmol/L}$ 、碱度 $(\text{HCO}_3^-)2 \text{ mmol/L}$ 、氯离子 (Cl^-) 10 mmol/L 配制。

试验压力等级序列见表 A.1。

表 A.1 试验压力等级序列

P=1.0 MPa			P=2.0 MPa			自设压力
阻垢	缓蚀	阻垢 缓蚀	阻垢	缓蚀	阻垢 缓蚀	ZX

附录 B
(资料性附录)
记录表格式

表 B.1 运行原始记录表

时 间			加热功率/ kW	蒸汽压力/ MPa	锅内温度/℃		垢下温度/℃	
日期	时间	累积时间/h			液相	汽相	1	2

表 B.2 排污水质检测记录

项目 取样时间	总硬度 mmol/L	总碱度 mmol/L	氯离子 mg/L	电导率 μS/cm	pH	浓缩倍数

表 B.3 试验数据项目内容

项 目	内 容	备 注
试验时间	自×××× 至××××	
等级序列	阻垢、缓蚀或缓蚀阻垢	试验压力
给水水质	(标注原水或配制水)	
加药量/(mg/L)		
蒸发速率/(L/h)		
蒸发水总量/L		
垢下温度变化率/(℃/kW)		加药试验
阻垢率/%		
沉积物质量比		
平均腐蚀率/(mm/a)		加药试验

浓缩倍数计算。以倍数表示的浓缩倍数(N_{Cl})按式(B.1)计算:

$$N_{Cl} = \frac{C_{\text{锅}}}{C_{\text{给}}} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

$C_{\text{锅}}$ ——锅水中氯离子质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$C_{\text{给}}$ ——给水中氯离子质量浓度,单位为毫克每升(mg/L)。

水处理剂产品





中华人民共和国国家标准

GB 4482—2006
代替 GB 4482—1993

水处理剂 氯化铁

Water treatment chemicals—Ferric chloride

2006-03-14 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准中 I 类产品的技术指标为强制性的, II 类产品的技术指标和其他条文为推荐性的。

本标准与美国水处理协会 ANSI/AWWA B 407—1998《液体氯化铁》的一致性程度为非等效。

本标准与 AWWA B 407—1998 相比:

- 增加了固体产品;
- 根据用途分为 I 类、II 类;
- 增加了重金属指标及测定方法。

本标准代替 GB 4482—1993《净水剂 氯化铁》。

本标准与 GB 4482—1993 相比主要变化如下:

- 取消了产品等级;
- 根据用途分为 I 类、II 类;
- 增加了 Hg、Cr(VI)、Cd 三项指标。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院、同济大学、深圳莱索思环境技术有限公司、惠州市斯瑞尔环境化工有限公司。

本标准主要起草人:朱传俊、李凤亭、邵宏谦、白莹、陈志传、郑嘉辉、丁德才。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会负责解释。

本标准于 1984 年首次发布,1993 年第一次修订。

水处理剂 氯化铁

1 范围

本标准规定了水处理剂氯化铁的技术要求、分类、试验方法、检验规则、标志、标签和包装。

本标准适用于水处理剂氯化铁。该产品主要用于饮用水及工业用水、废水和污水处理,其中饮用水用原料只能使用工业合成盐酸和氯气。

分子式: FeCl_3 。

相对分子质量: 162.21(按 2000 年国际相对原子质量)。

2 规范性引用文件

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 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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 610.2—1988 化学试剂 砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)

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 6680 液体化工产品采样通则

3 产品分类

水处理剂氯化铁分为两类:

I类:饮用水处理用。

II类:工业用水、废水和污水处理用。

4 技术要求

4.1 外观:固体应为褐色晶体;液体应为红褐色溶液。

4.2 水处理剂氯化铁应符合表 1 要求:

表 1

项 目	指 标			
	I 类		II 类	
	固体	液体	固体	液体
氯化铁(FeCl_3)的质量分数/%	\geq 96.0	41.0	93.0	38.0
氯化亚铁(FeCl_2)的质量分数/%	\leq 2.0	0.30	3.5	0.40
不溶物的质量分数/%	\leq 1.5	0.50	3.0	0.50

表 1(续)

项 目	指 标				
	I 类		II 类		
	固体	液体	固体	液体	
游离酸(以 HCl 计)的质量分数/%	≤	—	0.40	—	0.50
砷(As)的质量分数/%	≤	0.000 4	0.000 2		
铅(Pb)的质量分数/%	≤	0.002	0.001		
汞(Hg)的质量分数/%	≤	0.000 02	0.000 01		
镉(Cd)的质量分数/%	≤	0.000 2	0.000 1		
铬[Cr(VI)]的质量分数/%	≤	0.001	0.000 5		

5 试验方法

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、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 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

5.1 氯化铁含量的测定

5.1.1 方法提要

在酸性条件下,三价铁和碘化钾反应析出碘,以淀粉作指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.1.2.2 碘化钾。

5.1.2.3 硝酸银溶液:10 g/L。

5.1.2.4 盐酸溶液:1+1。

5.1.2.5 盐酸溶液:1+49。

5.1.2.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.1.2.7 可溶性淀粉指示剂:10 g/L。

5.1.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和坩埚式过滤器:滤板孔径为 $5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$ 。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 试验溶液的制备

从干燥洁净的称量瓶中称取约 10 g 固体试样或 20 g 液体试样(约 15 mL),精确至 0.001 g,移入 250 mL 烧杯中。对固体试料用盐酸溶液(1+1)分次洗涤称量瓶,洗液并入盛试料的烧杯中,加盐酸溶液(1+49)至约 100 mL,搅拌溶解,在 $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$ 水浴中保温 15 min;对液体试料用水分次洗涤称量瓶,洗液并入盛试料的烧杯中,加水至约 100 mL,搅拌。用已于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的坩埚式过滤器抽滤,用水洗涤残渣至洗液中不含氯离子(用硝酸银溶液检查)。将滤液和洗涤液移入 500 mL 容量瓶中,加水至刻度、摇匀,即得试液 A。试液 A 用于氯化铁、氯化亚铁和镉含量的测定。

保留坩埚和残渣,用于不溶物含量的测定。

5.1.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试液 A,置于 250 mL 碘量瓶中,加 25 mL 水,3 g 碘化钾和 10 mL 盐酸溶液

(1+1),盖好瓶塞,水封,摇匀,于暗处放置 30 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加入 3 mL 淀粉指示剂,继续滴定至蓝色消失。

同时作空白试验。

5.1.5 结果的表述

氯化铁含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM}{1\,000 \times m \times 25/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯化铁摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{FeCl}_3) = 162.2$];

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.1.6 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%。

5.2 氯化亚铁含量的测定

5.2.1 方法提要

在硫酸和磷酸介质中,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.2.2.2 磷酸。

5.2.2.3 硫酸溶液:1+5。

5.2.2.4 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ 约 0.05 mol/L,临用前配制。

用移液管移取 100 mL 按 GB/T 601 配制与标定的重铬酸钾标准滴定溶液,置于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

5.2.2.5 二苯胺磺酸钠指示剂:5 g/L。

5.2.3 分析步骤

移取 100 mL 试液 A 于 250 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 硫酸溶液、5 mL 磷酸和 3~4 滴二苯胺磺酸钠指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至蓝紫色。

5.2.4 结果的表述

氯化亚铁含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{VcM}{1\,000 \times m \times 100/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V ——消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯化亚铁摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{FeCl}_2) = 126.8$];

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.2.5 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:固体产品为 0.1%;液体产品为 0.02%。

5.3 不溶物含量的测定

5.3.1 仪器、设备

电热恒温干燥箱:温度可控制为 105℃~110℃。

5.3.2 分析步骤

将 5.1.4.1 保留的坩埚和残渣放入电热恒温干燥箱内,在 105℃~110℃下干燥至恒重。

5.3.3 结果的表述

不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- m_1 ——坩埚式过滤器连同残渣的质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——坩埚式过滤器的质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.3.4 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:固体产品为 0.1%,液体产品为 0.02%。

5.4 游离酸含量的测定

5.4.1 方法提要

用氟化钠与铁离子反应生成六氟合铁(Ⅲ)酸三钠沉淀,过滤除去铁离子,取定量滤液,以酚酞作指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂和材料

- 5.4.2.1 水,GB/T 6682,三级。
- 5.4.2.2 盐酸溶液:1+120。
- 5.4.2.3 氟化钠溶液:40 g/L。

称取 4 g 氟化钠置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,搅拌溶解,滴加 2 滴酚酞指示剂,若溶液无色,用氢氧化钠标准滴定溶液中和至刚呈微红色;若溶液呈红色,则用盐酸溶液滴至无色后,再用氢氧化钠标准滴定溶液中和至刚呈微红色。

- 5.4.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$ 。
- 5.4.2.5 酚酞指示剂:10 g/L。

5.4.3 分析步骤

从干燥洁净的称量瓶中称取约 2 g 液体试样,精确至 0.01 g,在 100 mL 容量瓶瓶口放一小漏斗,将试料移入容量瓶中,用少量水分次洗涤称量瓶,洗液并入容量瓶中,慢慢加入 80 mL 氟化钠溶液,加水至刻度,摇匀,放置 10 min。用中速滤纸干过滤于干燥洁净的烧杯中,用移液管移取 50 mL 滤液于锥形瓶中,加入 2 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色(30 s 不褪)即为终点。

5.4.4 结果的表述

游离酸(以 HCl 计)含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{VcM}{1\ 000 \times m \times 50/100} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- V ——滴定时消耗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 ——氯化氢的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{HCl})=36.46$];
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.4.5 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 0.05%。

5.5 砷含量的测定

5.5.1 砷斑法

5.5.1.1 方法提要

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡把 As(V) 还原为 As(III),加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使 As(III) 进一步还原为砷化氢,砷化氢气体与溴化汞试纸作用,产生棕黄色斑点,与标准色斑目视比较。

5.5.1.2 试剂和材料

5.5.1.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.5.1.2.2 无砷锌。

5.5.1.2.3 碘化钾。

5.5.1.2.4 硫酸溶液:1+1。

5.5.1.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

5.5.1.2.6 砷标准溶液:1 mL 溶液含 0.001 mg As。

将按 GB/T 602 配制的砷标准溶液稀释 100 倍。此溶液用时现配。

5.5.1.2.7 溴化汞试纸。

5.5.1.2.8 乙酸铅棉花。

5.5.1.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和定砷器:见 GB 610.1—1988 中的图。

5.5.1.4 分析步骤

称取液体试样 1.00 g,固体试样 0.50 g,精确至 0.01 g,置于定砷器的广口瓶中,加水至约 50 mL,使试料溶解。加入 4 mL 硫酸溶液、1 g 碘化钾及 2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 15 min。加入 3 g 无砷锌,立即将已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管塞紧于广口瓶上,于暗处放置 1 h。溴化汞试纸所呈黄色不得深于标准色。

标准色斑的制备:用移液管移取 2 mL 砷标准溶液,置于定砷器的广口瓶中,与试料同时同样处理。

5.5.2 二乙基二硫代氨基甲酸银法(仲裁法)

5.5.2.1 方法提要

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将 As(V) 还原为 As(III),加锌粒与酸作用产生新生态氢,使 As(III) 进一步还原为砷化氢,砷化氢气体被二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙胺三氯甲烷溶液吸收,生成紫红色产物,用分光光度计测定。

5.5.2.2 试剂和材料

5.5.2.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.5.2.2.2 无砷锌。

5.5.2.2.3 碘化钾。

5.5.2.2.4 硫酸溶液:1+1。

5.5.2.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

5.5.2.2.6 砷标准溶液:1 mL 溶液含 0.001 mg As。(配制方法同 5.5.1.2.6)。

5.5.2.2.7 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙胺三氯甲烷溶液(以下称吸收液)。

5.5.2.2.8 乙酸铅棉花。

5.5.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和以下设备。

5.5.2.3.1 定砷器:见 GB/T 610.2—1988 中 5.3 的规定。

5.5.2.3.2 分光光度计:带有 1 cm 吸收池。

5.5.2.4 分析步骤

5.5.2.4.1 校准曲线的绘制

移取 0、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 砷标准溶液,置于 6 个定砷器中。各加水至约

50 mL,加入 4 mL 硫酸溶液、1 g 碘化钾、2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 15 min。

移取 5 mL 吸收液注入吸收管内,迅速向定砷瓶中加入 3 g 无砷锌,立即连接好定砷器各部分,勿使漏气,在室温(室温低于 15℃时可用 25℃~30℃水浴温热)下反应 45 min 取下吸收管,用三氯甲烷将吸收液体积补充至 5 mL。

在 510 nm 波长下,用 1 cm 吸收池,以三氯甲烷对照,将分光光度计的吸光度调整到零,测量各溶液的吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以砷含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.5.2.4.2 测定

用干燥洁净的称量瓶称取 1.00 g 试样,精确至 0.01 g,置于定砷器中,加水至约 50 mL,使试料溶解。以下操作按 5.5.2.4.1 所述,从“加入 4 mL 硫酸溶液……”开始,到“测量各溶液的吸光度”为止。同时做试剂空白试验。

5.5.2.5 结果的表述

砷含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_1 ——根据测定的试料溶液的吸光度,从校准曲线上查出砷质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——根据测定的试剂空白溶液的吸光度,从校准曲线上查出砷质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.5.2.6 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 0.000 05%。

5.6 铅含量的测定

5.6.1 原子吸收光谱法

5.6.1.1 方法提要

向试样中加入硝酸和过氧化氢,使试样中的铅溶解,然后用原子吸收光谱法测定铅含量。

5.6.1.2 试剂和材料

5.6.1.2.1 过氧化氢:优级纯。

5.6.1.2.2 硝酸(优级纯)溶液:1+1。

5.6.1.2.3 硝酸(优级纯)溶液:1+199。

5.6.1.2.4 铅标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Pb。

5.6.1.2.5 铅标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mg Pb。用移液管移取 5.0 mL 铅标准贮备液置于 500 mL 容量瓶中,加入硝酸溶液(5.6.1.2.2)至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.6.1.3 仪器、设备

所用玻璃仪器均用硝酸溶液浸泡过夜,再用水洗涤。

5.6.1.3.1 氩气钢瓶。

5.6.1.3.2 电加热原子吸收光谱仪。

5.6.1.3.3 铅空心阴极灯。

5.6.1.4 分析步骤

5.6.1.4.1 校准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.0、1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、7.0 mL 铅标准溶液,置于六个 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5.6.1.2.2)至刻度,摇匀。

按仪器说明书,把原子吸收光谱仪的各种条件调至最佳状态。用试剂空白调零后,分别测定每个标

准溶液的吸光度。以铅含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

5.6.1.4.2 测定

称取(3±0.01)g 试样,转移至 1 000 mL 容量瓶中,加水稀至刻度,摇匀。

移取 50.00 mL 上述溶液,置于 250 mL 烧杯中,加水至 100 mL,小心加入 2.0 mL 过氧化氢和 2.0 mL 硝酸溶液(5.6.1.2.1),加热蒸发至溶液体积约为 40 mL,冷却至室温,将溶液完全转移至 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用与测定标准溶液相同的工作条件测定其吸光度,同时做试剂空白试验。

5.6.1.5 结果的表述

铅含量以质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 50/1\ 000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

m_1 ——根据测定的试料溶液的吸光度,从校准曲线上查出的铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——根据测定的试剂空白溶液的吸光度,从校准曲线上查出的铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.6.1.6 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 0.000 3%。

5.7 汞含量的测定

5.7.1 分光光度法

5.7.1.1 方法提要

将试样中的汞用高锰酸钾氧化成二价汞离子,过量的高锰酸钾用盐酸羟胺还原后,在硫酸酸性溶液中用双硫脲四氯化碳溶液来萃取。在萃取液中加盐酸进行反萃取。然后将水层 pH 调节为 4.8~5.5,再用双硫脲四氯化碳溶液来萃取汞离子,过量的双硫脲用氨水洗净后,由分光光度法求出汞的含量。

5.7.1.2 试剂和材料

5.7.1.2.1 硝酸。

5.7.1.2.2 高锰酸钾。

5.7.1.2.3 硫酸溶液:1+1。

5.7.1.2.4 盐酸溶液:1+1。

5.7.1.2.5 醋酸溶液:1+2。

5.7.1.2.6 氨水溶液:1+2。

5.7.1.2.7 氨水溶液:1+3。

5.7.1.2.8 氨性洗液:取氨水 1 mL,加水稀释到 100 mL,加 EDTA 溶液 5 mL。

5.7.1.2.9 盐酸羟氨溶液:200 g/L。

称取盐酸羟氨 20 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.7.1.2.10 尿素溶液:200 g/L。

称取尿素 20 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.7.1.2.11 乙二胺四乙酸二钠溶液:38 g/L。

称取乙二胺四乙酸二钠(二水盐)3.8 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.7.1.2.12 精制四氯化碳:在四氯化碳中,加入约占其容量5%的硫酸摇匀,静置后弃去硫酸层。重复操作到硫酸层无色为止。然后水洗,加块状氧化钙摇混,将混有氧化钙的四氯化碳进行蒸馏,收集77℃的馏分。

5.7.1.2.13 双硫脲四氯化碳贮备溶液:0.1 g/L。

取双硫脲(二苯基硫卡巴脲)放入玛瑙研钵,研成细粉。取其100 mg,加1 L精制四氯化碳,静置24 h以上使双硫脲完全溶解。

5.7.1.2.14 双硫脲四氯化碳浓溶液:0.05 g/L。

移取双硫脲四氯化碳贮备溶液100.00 mL于200 mL容量瓶中,加精制四氯化碳至刻度。

5.7.1.2.15 双硫脲四氯化碳溶液:0.005 g/L。

移取双硫脲四氯化碳浓溶液50.00 mL于500 mL容量瓶中,加精制四氯化碳至刻度。

5.7.1.2.16 酚红的乙醇溶液:1 g/L。

称取酚红0.1 g,溶于20 mL 95%乙醇,用水稀释成100 mL。

5.7.1.2.17 汞标准贮备液:1 mL溶液含有0.1 mgHg。

5.7.1.2.18 汞标准溶液:1 mL溶液含有0.001 mgHg。

移取汞标准贮备液10.00 mL于1 000 mL容量瓶中,并稀释至刻度。此溶液现用现配。

5.7.1.3 仪器、设备

5.7.1.3.1 分液漏斗:50 mL、100 mL、1 000 mL。

5.7.1.3.2 回流冷凝装置:1 000 mL圆底磨口烧瓶,冷凝管长30 cm以上。

5.7.1.3.3 玻璃珠: $d=2\text{ mm}\sim 4\text{ mm}$ 。

5.7.1.3.4 分光光度计。

5.7.1.4 分析步骤

5.7.1.4.1 称取固体试样约10 g,液体试样约20 g,精确到0.01 g,放入回流冷凝装置的烧瓶中,加水约300 mL、硝酸30 mL和高锰酸钾1 g,轻轻地摇匀,放入几粒玻璃珠后,装上回流冷凝管,缓缓加热,煮沸1 h。

5.7.1.4.2 如果煮沸过程中高锰酸钾的颜色消失,可停止加热,待液温下降到约40℃时加1 g高锰酸钾,继续加热煮沸。重复这项操作,直到高锰酸钾的颜色保持10 min以上不褪色为止。

5.7.1.4.3 煮沸1 h后放冷到液温约40℃,取下烧瓶,滴加盐酸羟胺溶液直到高锰酸钾颜色消失为止。加几滴酚红的乙醇溶液,边冷却边加氨水溶液,直到溶液颜色变红为止。

5.7.1.4.4 加硫酸溶液15 mL,盐酸羟胺溶液5 mL和尿素溶液5 mL后,移入500 mL分液漏斗。在其中加入双硫脲四氯化碳浓溶液20 mL,剧烈振摇2 min。静置后将四氯化碳层移入另一100 mL分液漏斗。

5.7.1.4.5 在水层中再加双硫脲四氯化碳浓溶液20 mL,剧烈振摇2 min。静置后,将四氯化碳层合并到刚才分离出来的四氯化碳层中,弃去水层。

5.7.1.4.6 给四氯化碳层加水20 mL,通过振摇30 s来洗涤四氯化碳层,静置后,将四氯化碳层移入另一100 mL分液漏斗,弃去水层。

5.7.1.4.7 给四氯化碳层加盐酸溶液10 mL,振摇30 s,静置后将四氯化碳层移入另一100 mL分液漏斗保留水层。

5.7.1.4.8 给四氯化碳层加盐酸溶液5 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层,水层则合并到前项保留的水层中。

5.7.1.4.9 水层用水稀释到约50 mL,加盐酸羟胺溶液0.5 mL,醋酸溶液2 mL,EDTA溶液1 mL和氨水溶液(1+2)10 mL。

5.7.1.4.10 使用溴甲酚绿pH试纸,小心滴加氨水溶液(1+3)调节pH值到4.8~5.5(不能超过5.5),准确加入双硫脲四氯化碳溶液10 mL,剧烈振摇2 min。静置后,将四氯化碳移入50 mL分液漏

斗,弃去水层。

5.7.1.4.11 给四氯化碳层加氨性洗液 10 mL,剧烈振摇 30 s,静置后只将水层用移液管或滴液管吸出。重复这项操作,直到氨性洗液成为无色为止。

5.7.1.4.12 将四氯化碳注入 10 mm 吸收池,测定波长 490 nm 处的吸光度。

5.7.1.4.13 校准曲线的绘制:依次移取汞标准溶液 1.00 mL~15.00 mL,放入 100 mL 分液漏斗,加盐酸溶液 15 mL,用水稀释至大约 50 mL。加盐酸羟氨溶液 0.5 mL,醋酸溶液 2 mL,EDTA 溶液 1 mL 和氨水溶液(1+2)10 mL。然后按照 5.7.1.4.10~5.7.1.4.12 同样操作,以汞含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。同时做空白试验。

5.7.1.5 分析结果的表述

汞含量以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m ——从标准曲线查出汞质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.7.1.6 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 0.000 005%。

5.7.2 冷原子吸收法

5.7.2.1 方法提要

在酸性介质中,将试样中的汞氧化成二价汞离子,用氯化亚锡将汞离子还原成汞原子,用冷原子吸收法测定汞。

5.7.2.2 试剂和材料

5.7.2.2.1 硫酸-硝酸混合液:

将 200 mL 硫酸(优级纯)缓慢加入 300 mL 水中,同时不断搅拌。冷却后加入 100 mL 硝酸(优级纯),混匀。

5.7.2.2.2 硫酸(优级纯)溶液:1+71。

5.7.2.2.3 盐酸(优级纯)溶液:1+11。

5.7.2.2.4 高锰酸钾(优级纯)溶液:10 g/L。

5.7.2.2.5 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

5.7.2.2.6 氯化亚锡溶液:50 g/L。

称取 5.0 g 氯化亚锡,置于 200 mL 烧杯中。加入 10 mL 盐酸溶液及适量水使其溶解,稀释至 100 mL,混匀。

5.7.2.2.7 汞标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mgHg。

5.7.2.2.8 汞标准溶液:1 mL 含有 0.001 mgHg(配制方法同 5.7.1.2.18)。

5.7.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和以下设备。

5.7.2.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

5.7.2.3.2 汞空心阴极灯。

5.7.2.4 分析步骤

5.7.2.4.1 校准曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中,依次加入汞标准溶液 0、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,加水至 40 mL。加入 3 mL 硫酸-硝酸混合液和 1 mL 高锰酸钾溶液,摇匀,静置 15 min。再滴加盐酸羟胺溶液至试液红色恰好消失,用水稀释至刻度,摇匀。

在波长 253.7 nm 处,用氯化亚锡溶液还原后的试剂空白所产生的汞蒸气为参比,测出以氯化亚锡溶液还原后各标准试液所产生的汞蒸气的吸光度。

以汞含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.7.2.4.2 测定

移取 5 g 液体试样或 2.5 g 固体试样,精确至 0.01 g,溶解后移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,此为试液 B。

移取 10.00 mL 试液 B 于 50 mL 容量瓶中。以下按校准曲线的绘制中加入汞标准溶液以后的步骤进行操作,测出以氯化亚锡还原后试样溶液所产生汞蒸汽的吸光度。

5.7.2.5 分析结果的表述

汞含量以质量分数 w_8 计,以数值%表示,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 10/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m ——从标准曲线上查出汞质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.7.2.6 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 0.000 002%。

5.8 镉含量的测定

5.8.1 方法提要

用原子吸收光谱法,在波长 228.8 nm 处以空气-乙炔火焰测定镉原子的吸光度,求出镉含量。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.8.2.2 镉标准贮备溶液:1 mL 含 0.1 mgCd。

称取 0.100 g 金属镉(99.9%以上),精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸溶液,加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

5.8.2.3 镉标准溶液:1 mL 含 0.01 mgCd。

移取 10.00 mL 镉标准溶液贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.8.3 仪器、设备

一般实验用仪器和以下设备。

5.8.3.1 原子吸收光谱仪。

5.8.3.2 镉空心阴极灯。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 分别移取 0.00、0.50 mL、1.0 mL、1.50 mL 镉标准溶液于 4 个 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含镉量为 0.00、0.005 mg、0.010 mg、0.015 mg,在仪器最佳工作条件下,于 228.8 nm 波长处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的镉含量吸光度为横坐标,绘制校准曲线。

5.8.4.2 移取 5.00 mL 试液 B 于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。按校准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测其吸光度,从校准曲线中求得 Cd 含量。

5.8.5 分析结果的表述

镉含量以质量分数 w_9 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_9 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

m ——从校准曲线查出镉质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.8.6 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0.000 05%。

5.9 铬[Cr(VI)]含量的测定

5.9.1 方法提要

用氨水将 Fe^{3+} 、 Cr^{3+} 生成氢氧化物或碱式盐,沉淀弃去。用原子吸收光谱法测定铬。

5.9.2 试剂与材料

5.9.2.1 氨水溶液:1+1。

5.9.2.2 甲基红指示剂:1 g/L 乙醇溶液。

5.9.3 仪器、设备

一般实验室仪器和以下设备。

5.9.3.1 原子吸收分光光度计。

5.9.3.2 铬空心阴极灯。

5.9.3.3 铬标准贮备溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mgCr。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 试样的制备

称取约 5 g 液体试样或 2.5 g 固体试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加水 50 mL 溶解,加入 2 滴甲基红指示剂,在搅拌下用氨水溶液调节至溶液由红色变为黄色为止,加热至微沸,使沉淀凝聚。冷却后,转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用快速定性滤纸干过滤,滤液留作测定用。

5.9.4.2 校准曲线的绘制

移取 0.00、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含铬量为 0.00、0.10 mg、0.20 mg、0.30 mg、0.40 mg,在仪器的最佳工作条件下,于波长 357.9 nm 处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铬含量为横坐标,绘制校准曲线。

5.9.4.3 试样的测定

按校准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测定其吸光度,从校准曲线中求得相应的铬含量。

5.9.5 分析结果的表述

铬含量以质量分数 w_{10} 计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得铬质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.9.6 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0.000 1%。

6 检验规则

6.1 水处理剂氯化铁应由生产厂的质量检验部门按照本标准规定的试验方法和检验规则对产品质量进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

6.2 每批出厂的产品都应附有质量说明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、类别、净质量、批号、生产日期、产品质量符合本标准的证明书及本标准编号。

6.3 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的水处理剂氯化铁进行检验,核实其质量是否符合本标准的要求。

6.4 水处理剂氯化铁每批产品不超过:固体 20 t,液体 60 t。

6.5 固体氯化铁的采样按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。采样时扒开表面约 5 cm 厚的试样,将采样器自包装单元的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将所采样品在封闭的容器中混匀后,取出平均样不得少于 500 g。

液体氯化铁的采样根据包装、贮运工具,按 GB/T 6680 规定进行。将所采样品混匀后,取出平均样不得少于 500 mL。

将采取的样品分装于两个干净、干燥、带磨口塞的试剂瓶中,密封。试剂瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、类别、批号、采样时间和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶备查,保存期为 3 个月。

6.6 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。检验结果如果中有一项不符合本标准要求,则应重新自两倍量的包装单元中采样进行核验,核验结果即使有一项指标不符合本标准要求,该批产品为不合格。

6.7 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。

7 标志、标签和包装

7.1 水处理剂氯化铁包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、类别、净质量、批号或生产日期及本标准编号。

7.2 固体水处理剂氯化铁采用 3 种包装方式(见 7.2.1,7.2.2 和 7.2.3),液体氯化铁采用 2 种包装方式(见 7.2.4 和 7.2.5)。

7.2.1 硬质纤维板桶包装:内包装袋采用食品级聚乙烯塑料薄膜袋,规格尺寸为 600 mm×400 mm,厚度为 0.1 mm;外包装采用硬质纤维板桶,规格尺寸为 $\phi 400$ mm×500 mm,厚度为 4 mm,其性能和检验方法应符合有关规定。水处理剂氯化铁每桶净质量 50 kg。

7.2.2 聚乙烯塑料桶包装:内包装袋采用食品级聚乙烯塑料薄膜袋,规格尺寸为 600 mm×400 mm,厚度为 0.1 mm;外包装采用聚乙烯塑料桶,规格尺寸为 $\phi 360$ mm×500 mm,其性能和检验方法应符合有关规定。水处理剂固体氯化铁每桶净质量 50 kg。

7.2.3 铁桶包装:铁桶规格尺寸为 $\phi 350$ mm×485 mm,厚度为 0.5 mm,其性能和检验方法应符合有关规定。水处理剂固体氯化铁每桶净质量 50 kg。

7.2.4 专用槽车包装:液体氯化铁用玻璃钢制作的槽车包装,其规格尺寸应符合运输工具装载尺寸的要求。

7.2.5 聚乙烯塑料桶包装:塑料桶规格尺寸为 $\phi 360$ mm×500 mm,其性能和检验方法应符合有关规定。液体氯化铁每桶净质量 50 kg。

7.3 水处理剂固体氯化铁的包装采用 3 种封口方式(见 7.3.1,7.3.2 和 7.3.3)。液体氯化铁采用 2 种封口方式(见 7.3.4 和 7.3.5)

7.3.1 用硬质纤维板桶包装时,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;纤维板桶用钉有十字形支撑木块的盖盖好,用铁皮加强筋将桶盖与桶体钉牢。

7.3.2 用聚乙烯塑料桶包装时,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;塑料桶在桶盖与桶口之间垫以橡胶垫圈密封。

7.3.3 用铁桶包装时,对于中开口桶用压盖形式密封,焊牢;对全开口桶在桶盖与桶口之间垫以半圆形橡胶垫圈密封,并用带有锁孔的弧形卡环卡紧,用铅封牢。

7.3.4 用专用槽车包装时,槽车口用铁盖盖严,卡牢。

7.3.5 用聚乙烯塑料桶包装液体氯化铁时,塑料桶加内盖封口,外盖内加橡胶垫圈,拧紧。

7.4 水处理剂氯化铁在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋,避免撞击和有毒物品的污染。

7.5 固体氯化铁应贮存在干燥通风的库房内,不宜露天堆放。氯化铁溶液应贮存在专用钢铁贮罐和槽车中。

参 考 文 献

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1988)





中华人民共和国国家标准

GB 10531—2006
代替 GB 10531—1989

水处理剂 硫酸亚铁

Water treatment chemicals—Ferrous sulphate

2006-03-14 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准中 I 类产品的技术要求为强制性的, II 类产品的指标和其他条文为推荐性的。

本标准代替 GB 10531—1989《水处理剂 硫酸亚铁》。

本标准与 GB 10531—1989 的主要差异为:

——取消了产品的分等分级。

——按用途分为两类。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院、同济大学、南京化学工业总公司精细化工厂。

本标准主要起草人:朱传俊、邵宏谦、李风亭、尹显才、白莹。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会负责解释。

本标准首次发布于 1989 年。

水处理剂 硫酸亚铁

1 范围

本标准规定了水处理剂硫酸亚铁的技术要求、分类、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于水处理剂硫酸亚铁。该产品除用于饮用水和工业用水的处理外,也可作为铁系水处理剂的生产原料使用。

分子式: $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

分子量: 278.01(按 2000 年国际原子量)

2 规范性引用文件

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 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 602—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 6101—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

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

3 产品分类

硫酸亚铁按用途分为二类:

I类: 饮用水处理用及铁系水处理剂的生产原料用。

II类: 工业用水、废水和污水处理用。

4 技术要求

4.1 外观: 淡绿色或淡黄绿色结晶。

4.2 水处理剂硫酸亚铁应符合表 1 要求。

表 1

指 标 项 目		指 标	
		I 类	II 类
硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)的质量分数/%	≥	90.0	90.0
二氧化钛(TiO_2)的质量分数/%	≤	0.75	1.00
水不溶物的质量分数/%	≤	0.50	0.50
游离酸(以 H_2SO_4 计)的质量分数/%	≤	1.00	—
砷(As)的质量分数/%	≤	0.000 1	—
铅(Pb)的质量分数/%	≤	0.000 5	—

5 试验方法

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、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 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

5.1 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)含量的测定

5.1.1 原理

在酸性介质中,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定,使二价铁氧化成三价铁,以滴定液自身指示终点。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 硫酸溶液:1+1。

5.1.2.2 磷酸溶液:1+1。

5.1.2.3 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)$ 约 0.1 mol/L。

5.1.3 测定

称量约 1 g 试样,精确到 0.000 2 g。置于 250 mL 锥形瓶中。用 50 mL 水溶解。加 10 mL 硫酸溶液和 4 mL 磷酸溶液。以高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色(30 s 不褪)即为终点。

5.1.4 结果表述

硫酸亚铁含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM}{1\,000 \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——滴定时消耗高锰酸钾标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——硫酸亚铁摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Fe}_2\text{SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})=278.01$];

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.1.5 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 0.4%。

5.2 二氧化钛(TiO_2)含量的测定

5.2.1 金属铝还原法(仲裁法)

5.2.1.1 方法提要

试样以浓硫酸和硫酸铵溶解,在二氧化碳气氛下用金属铝将钛(IV)还原成钛(III),还原后的溶液以硫氰酸铵作指示剂,用硫酸铁铵标准滴定溶液滴定。

5.2.1.2 试剂和材料

5.2.1.2.1 金属铝片:质量分数不小于 99.5%,厚度为 0.1 mm。

5.2.1.2.2 硫酸铵。

5.2.1.2.3 盐酸。

5.2.1.2.4 硫酸。

5.2.1.2.5 碳酸氢钠饱和溶液。

5.2.1.2.6 硫酸铁铵标准滴定溶液: $c[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]=0.06$ mol/L。

称取 30 g 硫酸铁铵 [$\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$]置于 1 000 mL 容量瓶中,加入含 30 mL 硫酸的 300 mL 水溶解。滴加 $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1$ mol 的高锰酸钾溶液,直至溶液呈粉红色,用水稀释至刻度,并摇匀。如溶液不清,则过滤,用 0.19 g~0.21 g 二氧化钛标准参比物质按 5.2.1.4 规定的操作步骤进

行标定。

硫酸铁铵标准滴定溶液的浓度 $c[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$, 数值以摩尔每升 (mol/L) 表示, 按式(2)计算:

$$c[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = \frac{w(\text{TiO}_2)m \times 1\,000}{VM} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w(\text{TiO}_2)$ ——标准参比物质中 TiO_2 质量分数(如光谱纯 TiO_2 , 则 $w(\text{TiO}_2)$ 以 100% 计);

m ——二氧化钛标准参比物质质量的数值, 单位为克(g);

V ——滴定时消耗硫酸铁铵标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

M ——二氧化钛摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{TiO}_2) = 79.90$].

5.2.1.2.7 硫氰酸铵指示剂: 95 g/L 溶液。

5.2.1.3 仪器、设备

一般实验室仪器和玻璃液封管: 见图 1(或其他合适的吸收器)。



图 1 玻璃液封管

5.2.1.4 分析步骤

移取预先在 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥 2 h 的试样 $0.19\text{ g} \sim 0.21\text{ g}$, 精确至 0.0001 g 。将试样置于 500 mL 锥形瓶中, 加入 10 g 硫酸铵、20 mL 硫酸, 摇匀。开始徐徐加热, 再强热至试样全部溶解成澄清溶液, 冷却后加 50 mL 水、25 mL 盐酸, 摇匀。再加入金属铝片 2.5 g, 装上液封管, 塞紧胶塞, 并在该管中加入碳酸氢钠饱和溶液至该管体积的 2/3 左右。待铝片溶完, 继续煮沸 3 min ~ 5 min, 此时溶液变为透明清晰的紫色, 在流水中冷却至室温, 在这个过程中应随时补加碳酸氢钠饱和溶液(注意不能让其吸入空气)。冷却后移去锥形瓶上的液封管, 将其中的碳酸氢钠饱和溶液倒入锥形瓶中, 迅速用硫酸铁铵标准滴定溶液滴定, 近终点时加入硫氰酸铵指示剂 2 mL, 继续滴定至淡橙色为止。

5.2.1.5 结果的表述

二氧化钛含量以质量分数 w_2 计, 数值以 % 表示, 按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{VcM}{1\,000 \times m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V ——滴定时消耗硫酸铁铵标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——硫酸铁铵标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

M ——二氧化钛摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{TiO}_2) = 79.90$];

m ——试料质量的数值, 单位为克(g)。

5.2.2 分光光度法

5.2.2.1 原理

用稀硫酸溶解试样, 加入硫磷混酸和过氧化氢使其显色, 用分光光度计测定吸光度。

5.2.2.2 试剂和材料

5.2.2.2.1 硫酸。

5.2.2.2.2 硫酸铵。

5.2.2.2.3 二氧化钛(光谱纯)。

5.2.2.2.4 硫酸铁铵。

5.2.2.2.5 硫酸溶液:1+99。

5.2.2.2.6 硫酸溶液:1+1。

5.2.2.2.7 磷酸溶液:1+1。

5.2.2.2.8 30%过氧化氢溶液:1+30。

5.2.2.2.9 钛标准溶液:1 mL含 0.2 mg TiO₂。

称取 0.200 0 g 二氧化钛置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 硫酸、30 g 硫酸铵,充分搅匀,于电炉上徐徐加热再强热至试样完全溶解,冷却后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

5.2.2.2.10 铁标准溶液:1 mL含 2 mg Fe。

称取 17.26 g 硫酸铁铵,用硫酸溶液(1+99)溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸溶液(1+99)稀释至刻度,摇匀。

5.2.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和分光光度计:带有厚度为 3 cm 的吸收池。

5.2.2.4 校准曲线的绘制

5.2.2.4.1 校准溶液的配制

在 7 个 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.00、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钛标准溶液。

5.2.2.4.2 显色

每个容量瓶都按下述规定同时同样处理:

加水至约 50 mL,加 10 mL 硫酸溶液(1+1)、5 mL 磷酸溶液,摇匀。冷却至室温后,加入 5 mL 过氧化氢溶液,用水稀释至刻度。摇匀。

5.2.2.4.3 吸光度的测量

使用分光光度计,在 410 nm 波长下,用 3 cm 吸收池,以水为参比,测量吸光度。

5.2.2.4.4 校准曲线的绘制

从每个校准参比溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以二氧化钛的含量(mg)为横坐标。对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.2.2.5 测定

5.2.2.5.1 试液的制备

称量(5.00±0.01)g 试样于 200 mL 烧杯中。用硫酸溶液(1+99)溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,用硫酸溶液(1+99)稀释至刻度。摇匀。

5.2.2.5.2 空白试液的制备

在 100 mL 容量瓶中,用移液管移入 10 mL 铁标准溶液。

5.2.2.5.3 显色

用移液管移取 10 mL 试液,置于 100 mL 容量瓶中,将试液和空白试液分别按(5.2.2.4.2 条)的规定同时同样处理。

5.2.2.5.4 吸光度的测定

使用分光光度计,在 410 nm 波长下,用 3 cm 吸收池,以水为参比,测量吸光度。

5.2.2.6 分析结果的表述

二氧化钛(TiO₂)含量以质量分数 w₃ 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 10/500} \times 100 = \frac{5m}{m_0} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m——根据测定的试液的吸光度中减去空白试液的吸光度,从工作曲线上查出(TiO₂)质量的数值,

单位为毫克(mg)；

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.2.2.7 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0.02%。

5.3 水不溶物含量的测定

5.3.1 试剂和材料

5.3.1.1 硫酸。

5.3.1.2 硫酸溶液:1+99。

5.3.2 仪器、设备

一般实验室仪器和坩埚式过滤器:滤板孔径为 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

5.3.3 测定

称量约10 g试样,精确到0.01 g,置于250 mL烧杯中。加入200 mL水和2 mL硫酸。搅拌。充分溶解后,用已在 $105^\circ\text{C}\sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重的坩埚式过滤器过滤,用硫酸溶液洗涤8次~10次(每次约5 mL)。再用水洗涤8次~10次(每次约5 mL)。于 $105^\circ\text{C}\sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重。

5.3.4 结果的表述

不溶物含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——坩埚式过滤器质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——水不溶物连同坩埚式过滤器质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.3.5 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0.04%。

5.4 游离酸(以 H_2SO_4 计)含量的测定

5.4.1 原理

将试样用异丙醇溶解,过滤。以酚酞作指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 异丙醇。

5.4.2.2 盐酸溶液:1+7。

5.4.2.3 氢氧化钠溶液:50 g/L。

5.4.2.4 酸洗石棉:取适量酸洗石棉,加盐酸溶液后煮沸20 min。用水洗至中性[用pH试纸检查]。再加氢氧化钠溶液煮沸20 min。用水洗至中性[用pH试纸检查]。用水调成稀糊状备用。

5.4.2.5 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.05\ \text{mol/L}$ 。

5.4.2.6 酚酞指示剂:10 g/L乙醇溶液。

5.4.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和古氏坩埚:25 mL。

在古氏坩埚筛板上下各均匀地铺1 mm~2 mm厚的酸洗石棉层,用热水抽滤洗涤至滤出液不含石棉毛絮为止。将此坩埚在 $105^\circ\text{C}\sim 110^\circ\text{C}$ 下烘干。

5.4.4 测定

称量约5 g试样,精确到0.01 g,置于250 mL碘量瓶中。加50 mL异丙醇,摇动10 min。用古氏坩埚过滤。尽可能将硫酸亚铁遗留在瓶中。每次用10 mL异丙醇将瓶中的残渣洗涤三次。最后用10 mL异丙醇洗涤古氏坩埚。在滤液中加3~4滴酚酞指示剂。用氢氧化钠标准滴定溶液滴定滤液至

出现粉红色即为终点。同时用同样量的异丙醇按同样步骤进行空白试验。

5.4.5 结果的表述

游离酸(以 H_2SO_4 计)含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{(V - V_0)cM}{1\,000 \times m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白时消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,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 ——硫酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=49.0$];

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。平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

5.5 砷(As)含量的测定

5.5.1 原理

在酸性介质中,金属锌将砷化合物还原为砷化氢。砷化氢在溴化汞试纸上形成砷斑,与标准砷斑进行比较。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 盐酸。

5.5.2.2 碘化钾。

5.5.2.3 氯化亚锡:400 g/L 盐酸溶液。

5.5.2.4 三氧化二砷。

5.5.2.5 砷标准溶液:1 mL 含 0.001 mg As。按 GB/T 602 制备后,稀释 100 倍。稀溶液现用现配。

5.5.2.6 无砷金属锌。

5.5.2.7 溴化汞试纸。

5.5.2.8 乙酸铅棉花。

5.5.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和定砷器:用 GB/T 610.1—1998 中图 1 所示装置。

5.5.4 测定

称量(0.50±0.01)g 试样,置于广口瓶中。加 70 mL 水溶解后,加 6 mL 盐酸,1 g 碘化钾,滴加氯化亚锡溶液至溶液无色,摇匀。放置 10 min。加 2.5 g 无砷金属锌,立即将已装好乙酸铅棉花和溴化汞试纸的定砷器装上。在 25℃~30℃ 下于暗处放置 1 h。溴化汞试纸呈现的颜色不得深于标准。

标准是取 2.50 mL 砷标准溶液,与试样同时同样处理。

5.6 铅含量的测定

5.6.1 方法提要

用电加热原子吸收光谱法,在波长 283.3 nm 处测定吸光度。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.6.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.6.2.3 铅标准贮备液:1 mL 含 0.1 mg Pb。

5.6.2.4 铅标准溶液:1.00 mL 含 0.01 mg Pb。

移取 10.00 mL 铅标准贮备液于 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.3 仪器、设备

一般实验室仪器和电加热原子吸收光谱仪。

5.6.3.1 铅空心阴极灯。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 称取约(5.00±0.01)g试样,置于250 mL烧杯中,加水30 mL、硝酸溶液10 mL,盖上表面皿煮沸约1 min,冷至室温后转移至100 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此为试液B,必要时干过滤。

5.6.4.2 分别移取5.00 mL试液B,置于4个50 mL容量瓶中,并依次加入0.00、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL铅标准贮备溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用微量进液装置将配好的试样注入发热炉,经干燥、灰化、原子化后,在283.3 nm处测其吸光度。以加入标准溶液的铅浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为所测试样中铅的含量。

5.6.5 分析结果的表述

铅的含量以质量分数 w_6 计,按式(7)计算:

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m ——试样中铅质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.6.6 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0.000 2%。

6 检验规则

6.1 水处理剂 硫酸亚铁应由生产厂的质量检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.2 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。

6.3 每批产品质量不得超过60 t。

6.4 按GB/T 6678的规定确定采样单元数。对于袋装产品,采样时应将采样器垂直插入到袋深的四分之三处采样,每袋所采样品不少于100 g。对散装产品,从产品散装面积上均匀分布的10个取样点取样,每点取样不得少于100 g。将所取试样迅速混匀。按四分法缩分至500 g,分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的瓶中。瓶上贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存一周备查。

6.5 按GB/T 1250规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。检验结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或取样点中取样核验。重新核验的结果即使有一项指标不符合本标准要求,则该批产品为不合格。

6.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

7 标志、标签和包装

7.1 水处理剂 硫酸亚铁用内衬塑料袋,外套编织袋的双层包装,内袋扎口(或热合),外袋应牢固封口。本产品也可散装。

7.2 包装袋上应标明生产厂名称、产品名称、类别、生产日期、批号、净质量、商标和本标准编号。每袋净质量50 kg。散装产品应在装货清单上注明以上内容。

7.3 装运过程中应小心轻放,防止包装破损,不得日晒、雨淋、禁止与有毒有害物质混贮、共运。

参 考 文 献

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

前 言

本标准是对 GB/T 10533—1989《水处理剂 聚丙烯酸》的修订,与前版的主要差异为:

1. 取消了前版分等的规定,本标准不分等;
2. 根据生产厂和用户的意见,取消了铁、铵两项指标;
3. pH 值指标由测定 10%水溶液,改为测定 1%水溶液;
4. 极限粘数测定中,乌氏粘度计毛细管内径由 0.46 mm 改为 0.50 mm。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 10533—1989。

本标准由中华人民共和国原化学工业部提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院、常州江海化工厂、武钢能源总厂供水厂。

本标准主要起草人:黄家栩、吴建国、李 英、徐 群。

本标准于 1989 年首次发布。



水处理剂 聚丙烯酸

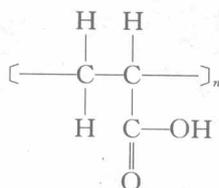
代替 GB/T 10533—1989

Water treatment chemicals—Polyacrylic acid

1 范围

本标准规定了水处理剂聚丙烯酸的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。该产品主要用作工业水处理中的阻垢分散剂。

结构式：



2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB 190—1990 危险货物包装标志
- GB 191—1990 包装储运图示标志
- GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 6678—1986 化工产品采样总则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1986)

3 要求

- 3.1 外观:无色至淡黄色透明液体。
- 3.2 水处理剂聚丙烯酸应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标
固体含量,%	≥ 30.0
游离单体(以 CH ₂ =CH—COOH 计)含量,%	≤ 0.50
pH 值(1%水溶液)	≤ 3.0
密度(20℃),g/cm ³	≥ 1.09
极限粘数(30℃),dL/g	0.060~0.10

国家质量技术监督局 2000-07-31 批准

2001-03-01 实施

4 试验方法

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 GB/T 6682 规定的三级水。

试验中所需标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

4.1 固体含量的测定

4.1.1 方法提要

在一定温度下,将试样置于电热干燥箱内烘干至恒重。

4.1.2 仪器、设备

一般实验室仪器和称量瓶($\phi 60\text{ mm} \times 30\text{ mm}$)。

4.1.3 分析步骤

用预先于 $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的称量瓶,称取约 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g),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 $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下干燥至恒重。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的固体含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1(\%) = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——称量瓶质量, g;

m_2 ——干燥后的试料与称量瓶质量, g;

m ——试料质量, g。

4.1.5 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 0.3%。

4.2 游离单体含量的测定

4.2.1 方法提要

在酸性条件下,试样中游离单体的双键与溴起加成反应。过量的溴与碘化钾作用析出碘。以淀粉做指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液在中性或弱酸性条件下滴定析出的碘。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.2.2.2 碘化钾溶液:100 g/L。

4.2.2.3 溴溶液: $c(1/2\text{Br}_2)$ 约 0.1 mol/L。

4.2.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L。

4.2.2.5 可溶性淀粉溶液:10 g/L。

4.2.3 分析步骤

称取约 4 g 试样,精确至 0.001 g,置于预先加入 20 mL 水的 500 mL 碘量瓶中,加入 20.00 mL 溴溶液,5 mL 盐酸溶液,摇匀。于暗处放置 30 min。取出,加入 15 mL 碘化钾溶液,摇匀,于暗处放置 1 min~2 min。取出,加入 150 mL 水,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加入 1 mL~2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。

同时进行空白试验。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的游离单体($\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH}$ 计)含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2(\%) = \frac{(V_0 - V)c \times 0.03603}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

$$= \frac{(V_0 - V)c \times 3.603}{m}$$

式中： V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；
 V ——滴定试液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；
 c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；
 m ——试料质量，g；

0.03603——与1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的丙烯酸的质量。

4.2.5 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0.1%。

4.3 pH值的测定

4.3.1 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。

4.3.2 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。

4.4 密度的测定

4.4.1 仪器、设备

4.4.1.1 密度计：分度值为0.001 g/cm³。

4.4.1.2 恒温水浴：可控制在(20±1)℃。

4.4.1.3 玻璃量筒：250 mL。

4.4.1.4 温度计：0~50℃，分度值为0.1℃。

4.4.2 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℃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。

4.5 极限粘数的测定

4.5.1 方法提要

将聚丙烯酸转化为聚丙烯酸钠。在101 g/L 硫氰酸钠溶液中制成稀溶液，用乌氏粘度计测定其极限粘数。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 氢氧化钠溶液：80 g/L。

4.5.2.2 硫氰酸钠溶液：101 g/L。

4.5.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

4.5.3.1 乌氏粘度计(如图1)：毛细管内径0.50 mm(±2%)。(30±0.1)℃时，蒸馏水流出计时标线E、F的时间为100 s以上。

4.5.3.2 恒温水浴：温度可控制在(30±0.3)℃。

4.5.3.3 温度计：0~50℃，分度值0.1℃。

4.5.3.4 秒表:最小分度值 0.1 s。

4.5.3.5 培养皿:φ85 mm。

4.5.3.6 耐酸滤过漏斗:G₃,40 mL。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 硫氰酸钠溶液流出时间的测定

将清洁、干燥的乌氏粘度计垂直置于(30±0.3)℃的恒温水浴中,经G₃耐酸滤过漏斗加入硫氰酸钠溶液至乌氏粘度计充装标线G、H之间为止,恒温10 min~15 min。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0.2 s。取其平均值 t_0 (s)。

4.5.4.2 试液的制备

称取3 g~4 g试样置于培养皿中,用氢氧化钠溶液仔细调节试样的pH值至9.0(用精密pH试纸检查)。然后放入电热干燥箱内,从室温开始加热,于(120±2)℃下干燥4 h,于干燥器中冷却至室温,即制成干燥试样。称取0.25 g~0.30 g干燥试样(精确到0.000 2 g),置于50 mL烧杯中,用约20 mL硫氰酸钠溶液溶解,全部转移至50 mL容量瓶中,用硫氰酸钠溶液稀释至刻度,摇匀。

4.5.4.3 测定

将试液经G₃耐酸滤过漏斗加入至清洁、干燥的乌氏粘度计中,至充装标线G、H之间为止,恒温10 min~15 min。用洗耳球将试液吸入C球标线E以上,用秒表测定试液流过计时标线E、F的时间,连续测定三次,误差不超过0.2 s,取其平均值 t (s)。

4.5.5 分析结果的表述

以dL/g表示的聚丙烯酸的极限粘数 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{\sqrt{2(\eta_{sp} - \ln\eta_r)}}{c} \dots\dots\dots (3)$$

$$= \frac{\sqrt{2[(t/t_0 - 1) - \ln t/t_0]}}{c}$$

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,g/dL;

t_0 ——硫氰酸钠溶液流过粘度计计时标线E、F的时间,s;

t ——试液流过粘度计计时标线E、F的时间,s。

4.5.6 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0.004 dL/g。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目,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。

5.2 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。

5.3 每批产品应不超过5 t。

5.4 按GB/T 6678—1986中6.6的规定确定采样单元数。

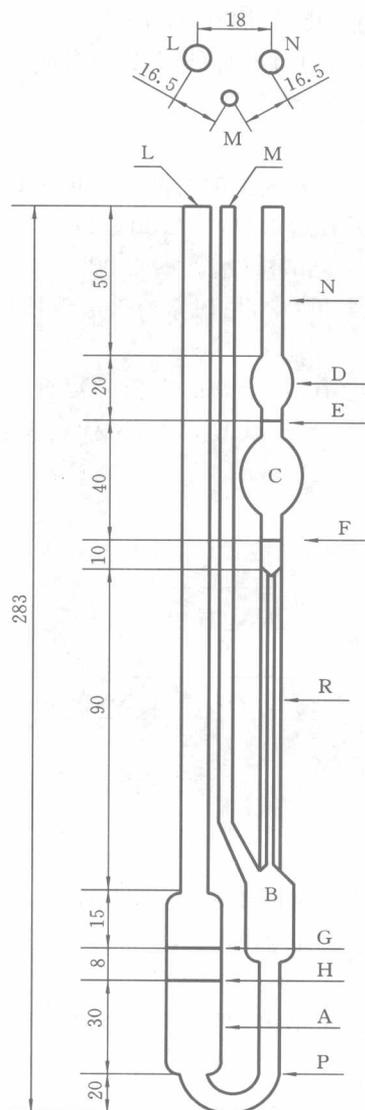
采样时先充分搅匀,用玻璃管或聚乙烯塑料管插入桶深的三分之二处采样。总量不少于1 000 mL。充分混匀,分装入两个清洁、干燥、带磨口塞的瓶中,密封。瓶上贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存三个月备查。

5.5 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,整批产品不能验收。

5.6 采用 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 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国质量法》的规定办理。



A—低部贮球,外径 26 mm;B—悬浮水平球;C—计时球,容积 3.0 mL(±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(±5%);R—工作毛细管,内径 0.50 mm(±2%)

图 1 乌氏粘度计

6 标志、包装、运输、贮存

- 6.1 水处理剂聚丙烯酸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 190—1990 规定的“腐蚀品”标志、GB 191—1990 规定的“向上”标志。
- 6.2 每批出厂的水处理剂聚丙烯酸应附有质量合格证,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。
- 6.3 水处理剂聚丙烯酸采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净重 25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净重 200 kg。
- 6.4 运输时防止曝晒,贮存在通风干燥的库房里。
- 6.5 水处理剂聚丙烯酸的贮存期自生产之日起为一年。
-

前 言

本标准是对 GB/T 10535—89 的修订。与前版相比,修改的主要内容有:

1. 固体含量及密度指标由控制范围改为控制下限。
2. 根据近年来的生产实际情况,对溴值指标做了较大的调整。
3. 固体含量的测定方法改为真空干燥法。

本标准从生效之日起,同时代替 GB/T 10535—89。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部天津化工研究院归口。

本标准起草单位:南京化工学院武进水质稳定剂厂、武进恒源化工厂、常州江海化工厂、武进广益化学材料厂、化工部天津化工研究院。

本标准主要起草人:常春华、刘峰、吴国庆、杨乃光、周伟生。

本标准于 1989 年首次发布。

中华人民共和国国家标准

水处理剂 水解聚马来酸酐

GB/T 10535—1997

Water treatment chemicals—
Hydrolyzed polymaleic anhydride

代替 GB/T 10535—89

1 范围

本标准规定了水处理剂水解聚马来酸酐的技术要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输和贮存。该产品主要用作工业水处理中的阻垢分散剂。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—90 包装贮运图示标志

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—88 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—89 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法

3 要求

3.1 外观:浅黄色至深棕色透明液体。

3.2 水解聚马来酸酐应符合表 1 要求。

表 1

指标项目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
固体含量, %	≥ 48.0	48.0	48.0
平均分子量	≥ 700	450	300
溴值, mg/g	≤ 80	160	—
pH 值(1%水溶液)	2.0~3.0		
密度, g/cm ³ (20℃)	≥ 1.18		

4 采样

4.1 按 GB/T 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。

国家技术监督局 1997-06-24 批准

1998-01-01 实施

4.2 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 1 000 mL,充分搅匀,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。

4.3 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,整批产品不能验收。

5 试验方法

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 GB/T 6682 规定的三级水。

试验中所需标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

本标准规定的固体含量、平均分子量、溴值、pH、密度等五项指标项目为型式检验项目。在正常生产情况下,六个月至少进行一次型式检验。其中固体含量、溴值、pH、密度等四项指标项目为出厂检验项目,应按批检验。

5.1 固体含量的测定

5.1.1 方法提要

使用真空干燥箱,减压下干燥试样,根据干燥前后的试样质量测得固体含量。

5.1.2 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.1.2.1 真空干燥箱:温度可控制在 $74 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

5.1.2.2 称量瓶: $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

5.1.3 分析步骤

使用预先于 $74 \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥恒重的称量瓶称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于真空干燥箱中,从室温开始升温并抽真空。在温度 $74 \pm 2^\circ\text{C}$ 、表压约 -0.095 MPa 下干燥 4 h。取出后置于干燥器中冷却至室温,称量。保留所得干燥试样(试样 A),供测定平均分子量用。

5.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的固体含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——干燥后试料与称量瓶质量, g;

m_0 ——称量瓶质量, g;

m ——试料质量, g。

5.1.5 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 0.5%。

5.2 平均分子量的测定

5.2.1 方法提要

在一恒温、密闭的容器中,充有丙酮的饱和蒸气,这时分别置一滴水解聚马来酸酐的丙酮溶液和一滴纯丙酮悬在饱和蒸气中。丙酮在溶液中的饱和蒸气压低于纯丙酮的饱和蒸气压,于是就会有丙酮分子从饱和蒸气相凝聚在溶液滴表面上,并放出凝聚热,使得溶液滴的温度升高,产生温差。检测,放大后,由检流计示出,计算求得水解聚马来酸酐的平均分子量。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 丙酮。

5.2.2.2 联苯甲酰。

5.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.2.3.1 气相渗透仪。

5.2.3.2 秒表,分度值 0.1 s。

5.2.3.3 针筒,1 mL。

5.2.3.4 具塞瓶:50 mL。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 试液的制备

称取约 0.05 g 试样 A,精确到 0.000 2 g,置于 50 mL 具塞瓶中。称取约 20 g 丙酮,精确至 0.000 2 g,加入瓶中,溶解,得浓度为 c (g/kg)的溶液 B。

取 4 mL 溶液 B,加 2 mL 丙酮,得浓度为 $2/3 c$ 的溶液。

取 2 mL 溶液 B,加 2 mL 丙酮,得浓度为 $1/2 c$ 的溶液。

取 2 mL 溶液 B,加 4 mL 丙酮,得浓度为 $1/3 c$ 的溶液。

5.2.4.2 仪器准备和调试

将仪器气化室打开,换好滤纸,充上约 30 mL 丙酮。 R_s 调整为 5 008,温度选择开关拨向 35℃。开启仪器升温。待检流计读数不变,仪器即达到稳定。

5.2.4.3 空白值的测定

将丙酮吸入两只针筒内,分别插在两支滴样孔上。把检流计工作键“G”拨向滴样位置。第一次从滴样孔各注入 0~0.15 mL 丙酮。开动秒表,2 min 后把检流计拨向工作位置,稳定 2 min,读数。然后把检流计拨向滴样位置。第二次从滴样孔各注入 0.01~0.02 mL 丙酮。开动秒表,2 min 后把检流计拨向工作位置,稳定 2 min,读数。按照第二次滴样方法重复 3~4 次,每次读数的差值不超过 1。取其平均值即为丙酮的空白值(G_0)。

5.2.4.4 试液的测定

将右侧一只针筒取下,换上浓度为 $1/3c$ 的溶液,插在右侧的滴样孔上。把检流计拨向滴样位置,第一次滴样从左侧注入 0.01~0.02 mL 丙酮,从右侧注入 0.15 mL 溶液,开动秒表,2 min 后把检流计拨向工作位置,稳定 2 min,读数。然后把检流计拨向滴样位置。第二次从左侧滴样孔注入 0.01~0.02 mL 丙酮,右侧滴样孔注入 0.01~0.02 mL 溶液。开动秒表,2 min 后把检流计拨向工作位置,稳定 2 min,读数。按照第二次滴样方法重复 3~4 次,每次读数的差值不超过 1。取其平均值为 $1/3c$ 溶液的 G_i 。

浓度为 $1/2c, 2/3c, c$ 的溶液依次按上述步骤测定。

5.2.4.5 标定仪器常数 K

按上述测定步骤,用联苯甲酰代替试样,用相同溶剂,在相同条件下,测定仪器常数 K 值。

5.2.5 分析结果的表述

在不同浓度下的水解聚马来酸酐气相渗透压(ρ)以 $\Delta G_i/c_i$ 表示,按式(2)计算:

$$\rho = \frac{G_i - G_0}{c_i} = \frac{\Delta G_i}{c_i} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: G_i ——滴入浓度为 c_i 溶液时检流计读数;

G_0 ——滴入丙酮时检流计读数;

c_i ——试液的浓度, g/kg。

以 $\Delta G_i/c_i$ 对 c_i 作图,得一直线,并外推至 $G_i \rightarrow 0$,求得 $(\Delta G_i/c_i)_0$ 。

水解聚马来酸酐的分子量(X_2)按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{K}{(\Delta G_i/c_i)_0} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中： K ——仪器常数。

5.2.6 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 20。

5.3 溴值的测定

5.3.1 方法提要

在酸性溶液中，溴与试样中未聚合的单体发生加成反应，与引发剂的分解产物发生取代反应。加入碘化钾溶液与过量的溴作用并析出碘。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的碘。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 硫酸：1+9 溶液。

5.3.2.2 氯化钠：116 g/L 溶液。

5.3.2.3 碘化钾：100 g/L 溶液。

5.3.2.4 溴酸钾-溴化钾溶液：称取 5.5 g 溴酸钾及 20.0 g 溴化钾溶于水中，用水稀释至 1 000 mL。保存在棕色瓶中。

5.3.2.5 硫酸汞：称取 15 g 硫酸汞溶于 14 mL 浓硫酸和 475 mL 水中。

5.3.2.6 硫代硫酸钠： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L 标准滴定溶液。

5.3.2.7 可溶性淀粉：10 g/L 溶液。

5.3.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，全部转移到 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

移取 25.00 mL 置于 250 mL 碘量瓶中。用移液管加入 10.00 mL 溴酸钾-溴化钾溶液，加 20 mL 硫酸溶液，充分混匀。5 min 后加入 5 mL 硫酸汞溶液，摇匀，于暗处放置 30 min（温度控制 0~20℃）。加入 15 mL 氯化钠溶液和 10 mL 碘化钾溶液，摇匀，在暗处放置 5 min。加入 20 mL 水，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色，加入 1 mL 淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失即为终点。

同时做空白试验。

5.3.4 分析结果的表述

以 mg/g（每克试样所消耗溴的毫克数）表示的溴值（ X_3 ）按式（4）计算：

$$X_3 = \frac{c \cdot (V_0 - V) \times 0.0799 \times 1000}{m} = \frac{79.9c \cdot (V_0 - V)}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中： c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

V ——滴定中消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

m ——试样质量，g；

0.0799——与 1.00 mL 硫代硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的溴的质量。

5.3.5 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 5 mg/g。

5.4 pH 的测定

5.4.1 仪器、设备

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

5.4.2 分析步骤

称取 1.00±0.01 g 试样，全部转移到 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。

5.5 密度的测定

5.5.1 仪器、设备

- 5.5.1.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm^3 。
- 5.5.1.2 恒温水浴:温度可控制在 $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 。
- 5.5.1.3 玻璃量筒:500 mL。
- 5.5.1.4 温度计:分度值为 0.1°C 。

5.5.2 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°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°C 时试样的密度。

6 标志、包装、运输、贮存

- 6.1 水处理剂水解聚马来酸酐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、等级、商标、批号或生产日期、净重、厂址及 GB 191—90 规定的标志 3“向上”。
- 6.2 每批出厂的水处理剂水解聚马来酸酐应附有质量合格证,内容包括:生产厂名、产品名称、等级、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。
- 6.3 水处理剂水解聚马来酸酐采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净重 25 kg ;或采用铁塑桶包装,每桶净重 200 kg 。
- 6.4 运输时防止曝晒,贮存在通风干燥的库房里。
- 6.5 水处理剂水解聚马来酸酐的贮存期为十个月。

前 言

本标准是对 GB/T 13804—1992《木质净水用活性炭》(1993-08-01 实施)的修订。

原 GB/T 13804—1992 技术指标中分为优级品、一级品、二级品,本标准在修订中根据 GB/T 12707—1991《工业产品质量分等导则》划分为一级品、二级品,故各项技术指标相应作了较大调整。

本标准从实施之日起,代替 GB/T 13804—1992。

本标准由国家林业局提出并归口。

本标准起草单位:中国林业科学研究院林产化学工业研究所。

本标准主要起草人:施荫锐。

中华人民共和国国家标准

GB/T 13803.2—1999

木质净水用活性炭

代替 GB/T 13804—1992

Wooden activated carbon for water purification

1 范围

本标准规定了净水用木质活性炭的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存要求。

本标准适用于以木质为原料生产的无定形颗粒活性炭,主要用于饮用水、酒类、各种清凉饮料用水的净化处理。

本标准不适用经特殊加工的净水用活性炭,如载银的净水用活性炭。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 12496.1—1999	木质活性炭试验方法	表观密度的测定
GB/T 12496.2—1999	木质活性炭试验方法	粒度分布的测定
GB/T 12496.3—1999	木质活性炭试验方法	灰分含量的测定
GB/T 12496.4—1999	木质活性炭试验方法	水分含量的测定
GB/T 12496.6—1999	木质活性炭试验方法	强度的测定
GB/T 12496.7—1999	木质活性炭试验方法	pH值的测定
GB/T 12496.8—1999	木质活性炭试验方法	碘吸附值的测定
GB/T 12496.10—1999	木质活性炭试验方法	亚甲基蓝吸附值的测定
GB/T 13803.4—1999	针剂用活性炭	

3 技术要求

3.1 外观

黑色无定形颗粒状,本身无毒、无臭、无味。

3.2 不纯物

木质净水用活性炭不能混入含有对人体健康有毒或有害的物质。

3.3 质量指标

木质净水用活性炭质量指标应符合表1要求。

表1 质量指标

项 目	指 标	
	一级品	二级品
碘吸附值,mg/g	≥ 1 000	≥ 900
亚甲基蓝吸附率 ¹⁾ ,mL/0.1 g mg/g	≥ 9.0 (135)	≥ 7.0 (105)

国家质量技术监督局 1999-11-10 批准

2000-04-01 实施

表 1(完)

项 目	指 标	
	一级品	二级品
强度, % \geq	94.0	85.0
表观密度, g/mL	0.45~0.55	0.32~0.47
粒度 ²⁾		
2.00 mm~0.63 mm, % \geq	90	85
0.63 mm 以下, % \leq	5	5
水分, % \leq	10.0	10.0
pH 值 \geq	5.5~6.5	5.5~6.5
灰分, % \leq	5.0	5.0

1) $A=15V$, A 为每克活性炭吸附亚甲基蓝毫克数, mg/g; V 为 0.1 g 活性炭吸附亚甲基蓝毫升数, mL。
2) 粒度大小范围也可由供需双方商定。

4 检验方法

4.1 碘吸附值

按 GB/T 12496.8 进行测定。

4.2 亚甲基蓝吸附值

按 GB/T 12496.10 进行测定。

4.3 强度

按 GB/T 12496.6 进行测定。

4.4 表观密度

按 GB/T 12496.1 进行测定。

4.5 粒度

按 GB/T 12496.2 进行测定。

4.6 水分

按 GB/T 12496.4 进行测定。

4.7 pH 值

按 GB/T 12496.7 进行测定。

4.8 灰分

按 GB/T 12496.3 进行测定。

5 检验规则

按 GB/T 13803.4—1999 第 5 章执行。

6 标志、包装、运输、贮存

按 GB/T 13803.4—1999 第 6 章执行。



中华人民共和国国家标准

GB 14591—2006
代替 GB 14591—1993



2006-03-14 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准 I 类产品的全部技术指标为强制性的,其他为推荐性的。

本标准代替 GB 14591—1993《净水剂 聚合硫酸铁》。

本标准与 GB 14591—1993 相比差异如下:

- 按用途不同将产品分为 I 类、II 类;
- 提高了固体聚合硫酸铁产品的全铁指标;
- 增加了 Cr(VI)、Hg、Cd 等指标;

本标准自实施之日起,HG/T 2153—1991《水处理剂 聚合硫酸铁》废止。

本标准由中国石油和化学工业协会提出;

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

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院、同济大学、南京化学工业总公司精细化工厂、武钢供水综合厂、鞍钢附企给排水净水剂厂、深圳清源净水器材有限公司、淄博天水化工有限公司、重庆蓝洁自来水材料有限公司等、邵阳市佑华净水材料有限公司。

本标准主要起草人:朱传俊、李风亭、尹显才、李英、赵俊岩、黄红杉、张继山、邹鹏、易佑华。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会负责解释。

本标准于 1993 年首次发布。

水处理剂 聚合硫酸铁

1 范围

本标准规定了水处理剂聚合硫酸铁产品的技术要求、分类、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于水处理剂聚合硫酸铁。该产品主要用于饮用水、工业用水和各种污水的处理,其中仅以硫酸法生产钛白粉的副产品硫酸亚铁和工业硫酸为原料制得的水处理剂聚合硫酸铁可用于饮用水处理。

示性式: $[\text{Fe}_2(\text{OH})_n(\text{SO}_4)_{3-\frac{n}{2}}]_m$ 。

2 规范性引用文件

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。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 191—2000 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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 610.2—1988 化学试剂 砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)

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 8946 塑料纺织袋

3 产品分类

聚合硫酸铁产品按用途分为两类。

I类:饮用水用。

II类:工业用水、废水和污水用。

4 技术要求

4.1 外观:液体为红褐色粘稠透明液体;固体为淡黄色无定型固体。

4.2 聚合硫酸铁应符合表1要求。

表 1

项 目		指 标			
		I 类		II 类	
		液体	固体	液体	固体
密度/g/cm ³ (20℃)	≥	1.45	—	1.45	—
全铁的质量分数/%	≥	11.0	19.0	11.0	19.0

表 1(续)

项 目	指 标			
	I 类		II 类	
	液体	固体	液体	固体
还原性物质(以 Fe ²⁺ 计)的质量分数/% ≤	0.10	0.15	0.10	0.15
盐基度/%	8.0~16.0	8.0~16.0	8.0~16.0	8.0~16.0
不溶物的质量分数/% ≤	0.3	0.5	0.3	0.5
pH(1%水溶液)	2.0~3.0	2.0~3.0	2.0~3.0	2.0~3.0
镉(Cd)的质量分数/% ≤	0.000 1	0.000 2	—	—
汞(Hg)的质量分数/% ≤	0.000 01	0.000 01	—	—
铬[Cr(VI)]的质量分数/% ≤	0.000 5	0.000 5	—	—
砷(As)的质量分数/% ≤	0.000 1	0.000 2	—	—
铅(Pb)的质量分数/% ≤	0.000 5	0.001	—	—

5 试验方法

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、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 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

5.1 密度的测定(密度计法)

5.1.1 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。

5.1.2 仪器、设备

5.1.2.1 密度计:刻度值为 0.001 g/cm³。

5.1.2.2 恒温水浴:可控制温度(20±1)℃。

5.1.2.3 温度计:分度值为 1℃。

5.1.2.4 量筒:250 mL~500 mL。

5.1.3 测定步骤

将聚合硫酸铁试样注入清洁、干燥的量筒内,不得有气泡。将量筒置于(20±1)℃的恒温水浴中,待温度恒定后,将密度计缓缓地放入试样中,待密度计在试样中稳定后,读出密度计弯月面下缘的刻度(标有读弯月面上缘的刻度的密度计除外),即为 20℃ 试样的密度。

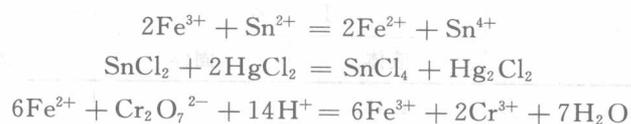
5.2 全铁含量的测定

5.2.1 重铬酸钾法(仲裁法)

5.2.1.1 方法提要

在酸性溶液中,用氯化亚锡将三价铁还原为二价铁,过量的氯化亚锡用氯化汞予以除去,然后用重铬酸钾标准溶液滴定。

反应方程式为:



5.2.1.2 试剂和材料

5.2.1.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.2.1.2.2 氯化亚锡溶液:250 g/L。

称取 25.0 g 氯化亚锡置于干燥的烧杯中,加入 20 mL 盐酸,加热溶解,冷却后稀释到 100 mL,保存于棕色滴瓶中,加入高纯锡粒数颗。

5.2.1.2.3 盐酸溶液:1+1。

5.2.1.2.4 氯化汞饱和溶液。

5.2.1.2.5 硫-磷混酸:将 150 mL 硫酸,缓慢注入到含 500 mL 水的烧杯中,冷却后再加入 150 mL 磷酸,然后稀释到 1 000 mL 容量瓶中。

5.2.1.2.6 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1$ mol/L。

5.2.1.2.7 二苯胺磺酸钠溶液:5 g/L。

5.2.1.3 分析步骤

称取液体产品约 1.5 g 或固体产品约 0.9 g,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加水 20 mL,加盐酸溶液 20 mL,加热至沸,趁热滴加氯化亚锡溶液至溶液黄色消失,再过量 1 滴,快速冷却,加氯化汞饱和溶液 5 mL,摇匀后静置 1 min,然后加水 50 mL,再加入硫-磷混酸 10 mL,二苯胺磺酸钠指示剂 4~5 滴,立即用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至紫色(30 s 不褪)即为终点。

5.2.1.4 结果的计算

全铁含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM}{1\,000 \times m} \times 100 \quad \dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定时消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——铁摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(Fe)=55.85$];

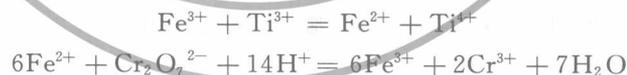
m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.2.2 三氯化钛法

5.2.2.1 方法提要

在酸性溶液中,滴加三氯化钛溶液将三价铁离子还原为二价,过量的三氯化钛进一步将钨酸钠指示液还原生成“钨蓝”,使溶液呈蓝色。在有铜盐的催化下,借助水中的溶解氧,氧化过量的三氯化钛,待溶液的蓝色消失后,即以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

反应方程式为:



5.2.2.2 试剂和材料

5.2.2.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.2.2.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.2.2.2.3 硫酸溶液:1+1。

5.2.2.2.4 磷酸溶液:15+85。

5.2.2.2.5 硫酸铜溶液:5 g/L。

5.2.2.2.6 三氯化钛溶液:量取 25 mL 15% 的三氯化钛溶液,加入 20 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL,混匀,贮于棕色瓶中,溶液上面加一薄层液体石蜡保护,可用 15 天左右。

5.2.2.2.7 钨酸钠指示剂:25 g/L。

称取 2.5 g 钨酸钠,溶解于 70 mL 水中,加入 7 mL 磷酸,冷却后用水稀释至 100 mL,混匀,贮于棕

色瓶中。

5.2.2.2.8 重铬酸钾标准滴定溶液： $c(1/6K_2Cr_2O_7) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.2.2.2.9 二苯胺磺酸钠溶液： 5 g/L 。

5.2.2.3 分析步骤

称取约 $0.2 \text{ g} \sim 0.3 \text{ g}$ 试样，精确至 0.0002 g 。置于 250 mL 锥形瓶中，加盐酸溶液 10 mL ，硫酸溶液 10 mL 和钨酸钠指示剂 1 mL 。在不断摇动下，逐滴加入三氯化钛溶液直至溶液刚好出现蓝色为止。用水冲洗锥形瓶内壁，并稀释至约 150 mL ，加入 2 滴硫酸铜溶液，充分摇动，待溶液的蓝色消失后，加入磷酸溶液 10 mL 和 2 滴二苯胺磺酸钠指示剂，立即用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至紫色 (30 s 不褪) 即为终点。

5.2.2.4 结果的表述

全铁含量以质量分数 w_2 计，数值以 % 表示，按式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{VcM}{1\,000 \times m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V ——滴定时消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

M ——铁的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) [$M(\text{Fe}) = 55.85$]；

m ——试料质量的数值，单位为克 (g)。

5.2.2.5 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 0.1% 。

5.3 还原性物质 (以 Fe^{2+} 计) 含量的测定

5.3.1 方法提要

在酸性溶液中用高锰酸钾标准滴定溶液滴定。

反应方程式为：



5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 水，GB/T 6682，三级。

5.3.2.2 硫酸。

5.3.2.3 磷酸。

5.3.2.4 高锰酸钾标准滴定溶液 (I)： $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.3.2.5 高锰酸钾标准滴定溶液 (II)： $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

将高锰酸钾标准滴定溶液 (I) 稀释 10 倍，随用随配，当天使用。

5.3.3 仪器、设备

微量滴定管： 10 mL 。

5.3.4 分析步骤

称取约 5 g 试样，精确至 0.001 g ，置于 250 mL 锥形瓶中，加水 150 mL ，加入 4 mL 硫酸， 4 mL 磷酸，摇匀。用高锰酸钾标准滴定溶液 (II) 滴定至微红色 (30 s 不褪) 即为终点，同时做空白试验。

5.3.5 结果的表述

还原性物质 (以 Fe^{2+} 计) 含量以质量分数 w_3 计，数值以 % 表示，按式 (3) 计算：

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

式中：

V ——滴定时消耗高锰酸钾标准滴定溶液 (II) 体积的数值，单位为毫升 (mL)；

- V_0 ——滴定空白时消耗高锰酸钾标准滴定溶液(Ⅱ)体积的数值,单位为毫升(mL);
 c ——高锰酸钾标准滴定溶液(Ⅱ)浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
 M ——铁摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Fe})=55.85$];
 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0.01%。

5.4 盐基度

5.4.1 方法提要

在试样中加入定量盐酸溶液,再加氟化钾掩蔽铁,然后用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂和材料

- 5.4.2.1 水,GB/T 6682,三级。
 5.4.2.2 盐酸溶液:1+3。
 5.4.2.3 氢氧化钠溶液:4 g/L。
 5.4.2.4 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})=0.1$ mol/L。
 5.4.2.5 氟化钾溶液:500 g/L。

称取500 g氟化钾,以200 mL不含二氧化碳的蒸馏水溶解后,稀释到1 000 mL。加入2 mL酚酞指示剂并用氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节溶液至微红色,滤去不溶物后贮存于塑料瓶中。

- 5.4.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1$ mol/L。
 5.4.2.7 酚酞指示剂:10 g/L乙醇溶液。

5.4.3 分析步骤

称取约(1.2~1.3) g试样,精确至0.000 2 g,置于400 mL聚乙烯烧杯中,用移液管加入25 mL盐酸标准溶液,加20 mL煮沸后的蒸馏水,摇匀,盖上表面皿。在室温下放置10 min,再加入氟化钾溶液10 mL,摇匀,加5滴酚酞指示剂,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至淡红色(30 s不褪)为终点。同时用煮沸后冷却的蒸馏水代替试样做空白试验。

5.4.4 结果的表述

盐基度含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_5 = \frac{(V_0 - V)cM}{\frac{m \times w_4}{18.62}} \times 100 \quad \dots \quad (4)$$

式中:

- V_0 ——空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 V ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,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 ——氢氧根摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{OH}^-)=17.0$];
 W_4 ——试样中三价铁的质量分数, $W_4=W_1-W_3$ 或 $W_4=W_2-W_3$;
 18.62——铁摩尔质量 $M(1/3\text{Fe})$,g/mol;
 m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.4.5 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%。

5.5 pH值的测定

5.5.1 仪器、设备

一般实验室仪器和酸度计: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,用水溶解后,全部转移至 100 mL 容量瓶中稀释至刻度,摇匀。

将试样溶液倒入烧杯中,置于磁力搅拌器上,将电极浸入被测溶液,开动搅拌,在已定位的酸度计上读出 pH 值。

5.6 不溶物含量的测定

5.6.1 试剂和材料

5.6.1.1 盐酸溶液:1+49。

5.6.2 仪器、设备

5.6.2.1 电热恒温干燥箱:温度可控制为 105℃~110℃。

5.6.2.2 坩埚式过滤器:5 μm~15 μm。

5.6.3 分析步骤

从干燥洁净的称量瓶中称取约 20 g 液体试样,或 10 g 固体试样,精确至 0.001 g,移入 250 mL 烧杯中。对液体试样,用水分次洗涤称量瓶,洗液并入盛试样的烧杯中,加水至约 100 mL,搅拌均匀;对固体试样,用盐酸溶液分次洗涤称量瓶,洗液并入盛试样的烧杯中,加盐酸溶液至总体积约 100 mL,搅拌溶解,在 50℃~55℃ 水浴中保温 15 min。用已于 105℃~110℃ 干燥至恒重的坩埚式过滤器抽滤,用水洗涤残渣至滤液中不含氯离子(用硝酸银溶液检查)。把坩埚放入电热恒温干燥箱内,于 105℃~110℃ 下烘至恒重。

5.6.4 结果的表述

不溶物含量以质量分数 w_6 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——坩埚式过滤器连同残渣质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——坩埚式过滤器质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.7 砷含量的测定

5.7.1 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法(仲裁法)

5.7.1.1 方法提要

样品中砷化物在砷化钾和酸性氯化亚锡作用下,被还原成三价砷。三价砷与锌和酸作用产生的新生态氢生成砷化氢气体。通过乙酸铅浸泡的棉花去除硫化氢的干扰,然后与二乙基二硫代氨基甲酸银作用成棕红色的胶体溶液,于 530 nm 下测其吸光度。

5.7.1.2 试剂和材料

5.7.1.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.7.1.2.2 硫酸溶液:1+9。

5.7.1.2.3 硫酸溶液:1+1。

5.7.1.2.4 氢氧化钠溶液:100 g/L。

5.7.1.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

称取 4 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)加 10 mL 盐酸溶解,用水稀释至 100 mL,加入数粒金属锡粒,贮于棕色试剂瓶中。

5.7.1.2.6 无砷锌粒。

5.7.1.2.7 乙酸铅溶液:100 g/L。

溶解 10 g 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 于 100 mL 水中,并加入几滴 $c(\text{CH}_3\text{COOH})=6 \text{ mol/L}$ 的乙酸溶液。

5.7.1.2.8 乙酸铅棉花:取脱脂棉花,用乙酸铅溶液浸泡 2 h,使其自然干燥或于 100℃烘箱中烘干后,保存于密闭的瓶中。

5.7.1.2.9 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙醇胺三氯甲烷溶液(以下称吸收液):称取 0.25 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,用少量三氯甲烷溶解,加入 2 mL 三乙醇胺,用三氯甲烷稀释至 100 mL,静置过夜,过滤,贮于棕色瓶中,置冰箱中于 4℃下保存。

5.7.1.2.10 砷标准贮备溶液:1 mL 含 0.1 mgAs。

5.7.1.2.11 砷标准溶液:1 mL 含 0.001 mgAs。

移取 10 mL 砷标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 硫酸溶液(1+9),加水稀释至刻度,混匀。临用时移取此溶液 10 mL 放于 100 mL 容量瓶中加水稀释至刻度。

5.7.1.3 仪器、设备

5.7.1.3.1 定砷器:见 GB/T 610.2—1988 第 5.3 条规定。

5.7.1.3.2 分光光度计。

5.7.1.4 分析步骤

5.7.1.4.1 称取固体试样 1.000 g 或液体试样 0.600 g,精确至 0.000 2 g,放入定砷器的锥形瓶中,在另一定砷器的锥形瓶中,准确放入 2.00 mL 砷标准溶液,分别加入 3 mL 硫酸溶液(1+1),用水稀释至 30 mL 后,加碘化钾溶液(150 g/L)2 mL,静置 2 min~3 min,加氯化亚锡溶液 1.0 mL,混匀,放置 15 min。

5.7.1.4.2 在带刻度的吸收管中分别加入 5.0 mL 吸收液,插入塞有乙酸铅棉花的导气管,迅速向发生瓶中倾入预先称好的 5 g 无砷铅粒,立即塞紧瓶塞,勿使漏气。室外温下反应 1 h,最后用三氯甲烷将吸收液体积补充至 5.0 mL,在 1 h 内于 530 nm 波长下,用 1.0 cm 吸收池分别测样品及标准溶液的吸光度。样品吸光度低于标准溶液吸光度为符合标准。同时,用试剂空白调零。

5.7.2 砷斑法

5.7.2.1 方法提要

在酸性介质中,金属锌将砷化物还原为砷化氢。砷化氢在溴化汞试纸上形成棕黄色砷斑,与标准砷斑进行比较。

5.7.2.2 试剂与材料

5.7.2.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.7.2.2.2 盐酸。

5.7.2.2.3 碘化钾。

5.7.2.2.4 无砷锌粒。

5.7.2.2.5 氯化亚锡溶液:400 g/L。

5.7.2.2.6 砷标准溶液:1 mL 含 0.001 mgAs(配制方法同 5.7.1.2.11)。

5.7.2.2.7 乙酸铅棉花。

5.7.2.2.8 溴化汞试纸。

5.7.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和定砷器:同 GB/T 610.1—1988 中 5.2 规定。

5.7.2.4 分析步骤

称取约(5±0.01) g 固体试样或(10±0.01) g 液体试样,溶解后,全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于广口瓶中,加 5 mL 盐酸,1 g 碘化钾和 5 滴氯化亚锡溶液,摇匀后放置 10 min。加 2 g 无砷锌,立即将已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管装上并塞紧。在 25℃~30℃下于暗处放置 1 h。取出溴化汞试纸,其颜色不得深于标准。

标准是：用移液管移取 1 mL 砷标准溶液，加水至 20 mL，与试验溶液同时同样处理。

5.8 铅含量的测定

5.8.1 方法提要

向试样中加入硝酸和过氧化氢，使试样中的铅溶解，然后用原子吸收光谱法测定铅含量。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 过氧化氢：优级纯。

5.8.2.2 硝酸（优级纯）溶液：1+1。

5.8.2.3 硝酸（优级纯）溶液：1+199。

5.8.2.4 铅标准贮备液：1 mL 溶液含有 0.1 mg Pb。

5.8.2.5 铅标准溶液：1 mL 溶液含有 0.001 mg Pb。

用移液管移取 5.0 mL 铅标准贮备液置于 500 mL 容量瓶中，加入硝酸溶液（5.8.2.2）至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

5.8.3 仪器、设备

所用玻璃仪器均用 1+9 的硝酸溶液浸泡过液，再用水洗涤。

5.8.3.1 氩气钢瓶。

5.8.3.2 原子吸收光谱仪：带有石墨炉控制装置。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 校准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.0、1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、7.0 mL 铅标准溶液，置于 5 个 100 mL 容量瓶中，加硝酸溶液（5.8.2.2）至刻度，摇匀。

按仪器说明书，把原子吸收光谱仪的各种条件调至最佳状态。用试剂空白调零后，分别测定每个标准溶液的吸光度。以铅含量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

5.8.4.2 测定

称取约 5 g 固体试样或 10 g 液体试样，精确至 0.01 g，转移至 100 mL 容量瓶中，加水稀至刻度，摇匀。此为试液 A，供测 Pb、Cd、Hg 用。

准确移取 5.00 mL 试液 A，置于 250 mL 烧杯中，加水至 100 mL，小心加入 2.0 mL 过氧化氢和 2.0 mL 硝酸溶液（5.8.2.1），加热蒸发至溶液体积约为 40 mL，冷却至室温，将溶液完全转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。用与测定标准溶液相同的工作条件测定其吸光度，同时做试剂空白试验。

5.8.5 结果的表述

铅含量以质量分数 w_7 计，数值以 % 表示，按式（6）计算：

$$w_7 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 5/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_1 ——根据测定的试料溶液的吸光度，从校准曲线上查出铅质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——根据测定的试剂空白溶液的吸光度，从校准曲线上查出铅质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

5.8.6 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 0.000 3%。

5.9 镉含量的测定

5.9.1 方法提要

用原子吸收光谱法，在波长 228.8 nm 处以空气-乙炔火焰测定镉原子的吸光度，求出镉含量。

5.9.2 试剂和材料

5.9.2.1 硝酸溶液：1+1。

5.9.2.2 镉标准贮备溶液:1 mL 含 0.1 mg Cd。

称取 0.100 g 金属镉(99.9%以上),精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸溶液,加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

5.9.2.3 镉标准溶液:1 mL 含 0.01 mg Cd。

移取 10.00 mL 镉标准溶液贮备溶液放入 100 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。

5.9.3 仪器、设备

5.9.3.1 原子吸收光谱仪。

5.9.3.2 镉空心阴极灯。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 分别移取 0.00、0.50 mL、1.0 mL、1.50 mL 镉标准溶液于 4 个 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含镉量为 0.00、0.05 mg、0.10 mg、0.15 mg,在仪器最佳工作条件下,于 228.8 nm 波长处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的镉含量吸光度为横坐标,绘制校准曲线。

5.9.4.2 移取 10.00 mL 试液 A 于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。按校准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测其吸光度,从校准曲线中求得 Cd 含量。

5.9.5 分析结果的表述

镉的含量以质量分数 w_8 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$w_8 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 10/100} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m ——试样中镉质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.9.6 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 0.000 05%。

5.10 汞含量的测定

5.10.1 分光光度法

5.10.1.1 方法提要

将试样中的汞用高锰酸钾氧化成二价汞离子,过量的高锰酸钾用盐酸羟胺还原后,在硫酸酸性溶液中用双硫脲四氯化碳溶液来萃取。在萃取液中加入盐酸进行反萃取。然后将水层 pH 调节为 4.8~5.5,再用双硫脲四氯化碳溶液来萃取汞离子,过量的双硫脲用氨水洗净后,由分光光度法求出汞的含量。

5.10.1.2 试剂和材料

5.10.1.2.1 硫酸溶液:1+1。

5.10.1.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.10.1.2.3 硝酸。

5.10.1.2.4 醋酸溶液:1+2。

5.10.1.2.5 氨水溶液:1+2。

5.10.1.2.6 氨水溶液:1+3。

5.10.1.2.7 氨性洗液:取氨水 1 mL,加水稀释到 100 mL,加 EDTA 溶液 5 mL。

5.10.1.2.8 高锰酸钾。

5.10.1.2.9 盐酸羟胺溶液:200 g/L。

称取盐酸羟胺 20 g 溶于水,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿

色为止。

5.10.1.2.10 尿素溶液:200 g/L。

称取尿素 20 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.10.1.2.11 乙二胺四乙酸二钠溶液:38 g/L。

称取乙二胺四乙酸二钠(二水盐)3.8 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.10.1.2.12 精制四氯化碳:在四氯化碳中,加入约占其容量 5% 的硫酸摇匀,静置后弃去硫酸层。重复操作到硫酸层无色为止。然后水洗,加块状氧化钙摇混,将混有氧化钙的四氯化碳进行蒸馏,收集 77°C 的馏分。

5.10.1.2.13 双硫脲四氯化碳贮备溶液:0.1 g/L。

取双硫脲(二苯基硫卡巴脲)放入玛瑙研钵,研成细粉。取其 100 mg,加 1 L 精制四氯化碳,静置 24 h 以上使双硫脲完全溶解。

5.10.1.2.14 双硫脲四氯化碳浓溶液:0.05 g/L。

移取双硫脲四氯化碳贮备溶液 100.00 mL 于 200 mL 容量瓶中,加精制四氯化碳至刻度。

5.10.1.2.15 双硫脲四氯化碳溶液:0.005 g/L。

移取双硫脲四氯化碳浓溶液 50.00 mL 于 500 mL 容量瓶中,加精制四氯化碳至刻度。

5.10.1.2.16 酚红的乙醇溶液:1 g/L。

称取酚红 0.1 g,溶于 20 mL 95% 乙醇,用水稀释成 100 mL。

5.10.1.2.17 汞标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Hg。

5.10.1.2.18 汞标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mg Hg。

移取汞标准贮备液 10.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度。此溶液现用现配。

5.10.1.3 仪器、设备

5.10.1.3.1 分液漏斗:50 mL、100 mL、1 000 mL。

5.10.1.3.2 回流冷凝装置:1 000 mL 圆底磨口烧瓶,冷凝管长 30 cm 以上。

5.10.1.3.3 玻璃珠: $d=2\text{ mm}\sim 4\text{ mm}$ 。

5.10.1.3.4 分光光度计。

5.10.1.4 分析步骤

5.10.1.4.1 称取液体试样约 20 g,固体试样约 10 g,精确到 0.01 g,放入回流冷凝装置的烧瓶中,加水约 300 mL、硝酸 30 mL 和高锰酸钾 1 g,轻轻地摇匀,放入几粒玻璃珠后,装上回流冷凝管,缓缓加热,煮沸 1 h。

5.10.1.4.2 如果煮沸过程中高锰酸钾的颜色消失,可停止加热,待液温下降到约 40°C 时加 1 g 高锰酸钾,继续加热煮沸。重复这项操作,直到高锰酸钾的颜色保持 10 min 以上不褪色为止。

5.10.1.4.3 煮沸 1 h 后放冷到液温约 40°C,取下烧瓶,滴加盐酸羟胺溶液直到高锰酸钾颜色消失为止。加几滴酚红的乙醇溶液,边冷却边加氨水溶液,直到溶液颜色变红为止。

5.10.1.4.4 加硫酸溶液 15 mL,盐酸羟胺溶液 5 mL 和尿素溶液 5 mL 后,移入 500 mL 分液漏斗。在其中加入双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL,剧烈振摇 2 min。静置后将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗。

5.10.1.4.5 在水层中再加双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL,剧烈振摇 2 min。静置后,将四氯化碳层合并到刚才分离出来的四氯化碳层中,弃去水层。

5.10.1.4.6 给四氯化碳层加水 20 mL,通过振摇 30 s 来洗涤四氯化碳层,静置后,将四氯化碳层移入

另一 100 mL 分液漏斗, 弃去水层。

5.10.1.4.7 给四氯化碳层加盐酸溶液 10 mL, 振摇 30 s, 静置后将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗保留水层。

5.10.1.4.8 给四氯化碳层加盐酸溶液 5 mL, 振摇后静置, 弃去四氯化碳层, 水层则合并到前项保留的水层中。

5.10.1.4.9 水层用水稀释到约 50 mL, 加盐酸羟胺溶液 0.5 mL, 醋酸溶液 2 mL, EDTA 溶液 1 mL 和氨水溶液(1+2)10 mL。

5.10.1.4.10 使用溴甲酚绿 pH 试纸, 小心滴加氨水溶液(1+3)调节 pH 值到 4.8~5.5(不能超过 5.5), 准确加入双硫脲四氯化碳溶液 10 mL, 剧烈振摇 2 min。静置后, 将四氯化碳移入 50 mL 分液漏斗, 弃去水层。

5.10.1.4.11 给四氯化碳层加氨性洗液 10 mL, 剧烈振摇 30 s, 静置后只将水层用移液管或滴液管吸出。重复这项操作, 直到氨性洗液成为无色为止。

5.10.1.4.12 将四氯化碳注入 10 mm 吸收池, 测定波长 490 nm 处的吸光度。

5.10.1.4.13 校准曲线的绘制: 依次移取汞标准溶液 1.00~15.00 mL, 放入 100 mL 分液漏斗, 加盐酸溶液 15 mL, 用水稀释至大约 50 mL。加盐酸羟胺溶液 0.5 mL, 醋酸溶液 2 mL, EDTA 溶液 1 mL 和氨水溶液(1+2)10 mL。然后按照 5.11.1.4.10~5.11.1.4.12 同样操作, 以汞含量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制校准曲线。同时做空白试验。

5.10.1.5 分析结果的表述

汞含量以质量分数 w_g 计, 数值以 % 表示, 按式(8)计算:

$$w_g = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad (8)$$

式中:

m ——从校准曲线查出汞质量的数值, 单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值, 单位为克(g)。

5.10.1.6 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 0.000 005%。

5.10.2 冷原子吸收法

5.10.2.1 方法提要

在酸性介质中, 将试样中的汞氧化成二价汞离子, 用氯化亚锡将汞离子还原成汞原子, 用冷原子吸收法测定汞。

5.10.2.2 试剂和材料

5.10.2.2.1 硫酸-硝酸混合液:

将 200 mL 硫酸(优级纯)缓慢加入 300 mL 水中, 同时不断搅拌。冷却后加入 100 mL 硝酸(优级纯), 混匀。

5.10.2.2.2 硫酸(优级纯)溶液: 1+71。

5.10.2.2.3 盐酸(优级纯)溶液: 1+11。

5.10.2.2.4 高锰酸钾(优级纯)溶液: 10 g/L。

5.10.2.2.5 盐酸羟胺溶液: 100 g/L。

5.10.2.2.6 氯化亚锡溶液: 50 g/L。

称取 5.0 g 氯化亚锡, 置于 200 mL 烧杯中。加入 10 mL 盐酸溶液及适量水使其溶解, 稀释至 100 mL, 混匀。

5.10.2.2.7 汞标准贮备液: 1 mL 溶液含有 0.1 mg Hg。

5.10.2.2.8 汞标准溶液: 1 mL 含有 0.001 mg Hg(配制方法同 5.10.1.2.18)。

5.10.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和以下设备。

5.10.2.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

5.10.2.3.2 汞空心阴极灯。

5.10.2.4 分析步骤

5.10.2.4.1 校准曲线的绘制

在6个50 mL容量瓶中,依次加入汞标准溶液0.00、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,加水至40 mL。加入3 mL硫酸-硝酸混合液和1 mL高锰酸钾溶液,摇匀,静置15 min。再滴加盐酸羟胺溶液至试液红色恰好消失,用水稀释至刻度,摇匀。

在波长253.7 nm处,用氯化亚锡溶液还原后的试剂空白所产生的汞蒸气为参比,测出以氯化亚锡溶液还原后各标准试液所产生的汞蒸气的吸光度。

以汞含量(μg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.10.2.4.2 测定

移取10.00 mL试液A于50 mL容量瓶中。以下按校准曲线的绘制中加入汞标准溶液以后的步骤进行操作,测出以氯化亚锡还原后试样溶液所产生汞蒸气的吸光度。

5.10.2.5 分析结果的表述

汞含量以质量分数ω₁₀计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$\omega_{10} = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 10/100} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m——从校准曲线上查出汞质量的数值,单位为毫克(mg);

m₀——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.10.2.6 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0.000 002%。

5.11 铬[Cr(VI)]含量的测定

5.11.1 方法提要

用氨水将Fe³⁺、Cr³⁺生成氢氧化物或碱式盐,沉淀弃去。用原子吸收光谱法测定Cr(VI)。

5.11.2 试剂与材料

5.11.2.1 氨水溶液:1+1。

5.11.2.2 甲基红指示剂:1 g/L乙醇溶液。

5.11.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.11.3.1 原子吸收分光光度计。

5.11.3.2 铬空心阴极灯。

5.11.3.3 铬标准贮备溶液:1 mL溶液含有0.1 mg Cr。

5.11.4 分析步骤

5.11.4.1 试样的制备

称取约10 g液体试样或5 g固体试样,精确至0.000 2 g,置于250 mL烧杯中,加水50 mL溶解,加入2滴甲基红指示剂,在搅拌下用氨水溶液调节至溶液由红色变为黄色为止,加热至微沸,使沉淀凝聚。冷却后,转移至100 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用快速定性滤纸干过滤,滤液留作测定用。

5.11.4.2 校准曲线的绘制

移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL铬标准溶液置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含铬量为0.00、0.10 mg、0.20 mg、0.30 mg、0.40 mg,在仪器的最佳工作

条件下,于波长 357.9 nm 处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铬含量为横坐标,绘制校准曲线。

5.11.4.3 试样的测定

按校准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测定其吸光度,从校准曲线中求得相应的铬含量。

5.11.5 分析结果的表述

铬含量以质量分数 w_{11} 计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$w_{11} = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots \dots \dots (10)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得铬质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.11.6 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 0.000 1%。

6 检验规则

6.1 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,6 个月至少进行一次型式检验。其中密度、全铁含量、还原性物质(以 Fe^{2+} 计)、盐基度、水不溶物、pH 等 6 项指标应逐批检验。

6.2 每批产品液体应不超过 200 t,固体应不超过 60 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。

对于袋装固体产品,采样时应将采样器垂直插入到袋深的四分之三处采样。每袋所采样品不少于 100 g。将所采样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,分装于两个清洁、干燥的玻璃瓶中,密封。

对于桶装液体产品,采样时应将采样器深入桶内 2/3 处采样,采样量不少于 500 mL。将所采样品混匀,从中取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。

对于用贮罐车装运的液体产品,应用采样器从罐的上、中、下部位采样。每个部位采样量不少于 250 mL。将所采样品混匀,取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。

6.4 水处理剂聚合硫酸铁应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

6.5 每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.6 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。

6.7 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。如果检验结果中有一项不符合本标准要求时,应加倍抽取样品重新检验,核验结果有一项不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

6.8 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。

7 标志、标签和包装

7.1 水处理剂聚合硫酸铁的外包装上应有涂刷牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、类别、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB 191—2000 规定的“标志 6 怕雨”。

7.2 固体水处理剂聚合硫酸铁采用双层包装,内包装采用聚乙烯薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm,包装容积应大于外包装;外包装采用聚丙烯塑料纺织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。每袋净质量 25 kg、50 kg(或依顾客要求而定)。

包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,外袋用缝包机缝口,缝线应整齐无漏缝。

7.3 液体聚合硫酸铁采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净质量 25 kg、50 kg 或 200 kg。采用双层桶盖,内盖扣严,外盖旋紧。用户需要时,液体聚合硫酸铁也可用贮罐车装运。

7.4 水处理剂聚合硫酸铁在运输过程中应有遮盖物,避免雨淋、受潮;并保持包装完整、标志清晰。

7.5 水处理剂聚合硫酸铁应贮存在阴凉、通风干燥的库房内。液体产品贮存期 6 个月,固体产品贮存期 12 个月。

8 安全要求

聚合硫酸铁产品具有一定的腐蚀性和刺激性,操作人员在进行作业时,应戴防护用具以避免身体直接接触。

参 考 文 献

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)





中华人民共和国国家标准

GB 15892—2009
代替 GB 15892—2003

生活饮用水用聚氯化铝

Poly aluminium chloride for treatment of drinking water

2009-04-08 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准表 1 中产品指标均为强制性,其他内容为推荐性。

本标准对应于日本工业标准 JIS K 1475:2006《给水用聚氯化铝》(日文版)和美国给水工程协会标准 ANSI/AWWA B 408:2003《液体 聚氯化铝》(英文版),与 JIS K 1475:2006、ANSI/AWWA B 408:2003 的一致性程度为非等效。

本标准与 JIS K 1475:2006 和 ANSI/AWWA B 408:2003 的主要差异为:

- 本标准包括液体聚氯化铝和固体聚氯化铝。
- 根据聚氯化铝技术进展和我国聚铝行业的生产工艺及原料来源提高了盐基度的技术指标。
- 有关重金属指标的检验方法有变动。
- 删去了“氨态氮(N)的测定”。

本标准代替 GB 15892—2003《水处理剂 聚氯化铝》。本标准与 GB 15892—2003 的主要差异为:

- 标准名称改为“生活饮用水用聚氯化铝”。
- 表 1 中的技术指标有变动。
- 增加了 CuSO_4 标准滴定溶液检验氧化铝的方法。
- 修改了一些技术指标的测定方法。
- 删去了“氨氮的测定”。

本标准中的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:深圳中润水工业技术发展有限公司、同济大学、江苏太仓市新星轻工助剂厂、深圳市清源净水器材有限公司、山东鲁净化工有限公司、凯米拉水处理技术(重庆)有限公司、东莞市华清净水材料有限公司、焦作市爱尔福克有限公司、河南省华泉自来水材料总厂、河南新世纪净化材料有限公司。

本标准参加起草单位:中海油天津化工研究设计院、无锡市必盛水处理剂有限公司、武汉市中润精细化学品有限公司、巩义市芝田净化剂厂、巩义市宇清净水材料有限公司、巩义市富源净水材料有限公司、重庆大学、宁波市华光净水剂实业公司。

本标准主要起草人:李润生、李风亭、陶福棠、张民权、贾久顺、邹鹏、王龙庆、许志远、袁孟斌、铁贵波。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 15892—1995、GB 15892—2003。

生活饮用水用聚氯化铝

1 范围

本标准规定了生活饮用水用聚氯化铝的要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存。

本标准适用于生活饮用水用聚氯化铝。该产品主要用于生活饮用水的净化。生产聚氯化铝的原料盐酸,应采用工业合成盐酸;含铝原料,应采用工业氢氧化铝、高岭土、一水软铝石、三水铝石和水处理剂用铝酸钙。

示性式: $Al_n(OH)_mCl_{(3n-m)}$ $0 < m < 3n$

2 规范性引用文件

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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)
 GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)
 GB/T 610 化学试剂 砷测定通用方法(GB/T 610—2008,ISO 6353-1:1982,NEQ)
 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(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)
 GB/T 8946 塑料编织袋

3 产品分类

聚氯化铝按型态分为液体和固体两类。

4 要求

4.1 外观

液体:无色至黄褐色液体。

固体:白色至黄褐色颗粒或粉末。

4.2 生活饮用水用聚氯化铝指标应符合表1要求。

表 1

指标名称		指 标	
		液体	固体
氧化铝(Al_2O_3)的质量分数/%	\geq	10.0	29.0
盐基度/%		40.0~90.0	
密度(20℃)/(g/cm ³)	\geq	1.12	—
不溶物的质量分数/%	\leq	0.2	0.6

表 1 (续)

指标名称	指 标	
	液体	固体
pH 值(10 g/L 水溶液)	3.5~5.0	
砷(As)的质量分数/%	≤	0.000 2
铅(Pb)的质量分数/%	≤	0.001
镉(Cd)的质量分数/%	≤	0.000 2
汞(Hg)的质量分数/%	≤	0.000 01
六价铬(Cr ⁶⁺)的质量分数/%	≤	0.000 5

注:表中液体产品所列 As、Pb、Cd、Hg、Cr⁶⁺、不溶物指标均按 Al₂O₃ 10% 计算,Al₂O₃ 含量 ≥ 10% 时,应按实际含量折算成 Al₂O₃ 10% 产品比例计算各项杂质指标。

5 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 中三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

安全提示:本标准使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗。

5.1 氧化铝(Al₂O₃)含量的测定(仲裁法)

5.1.1 氯化锌标准溶液滴定法

5.1.1.1 方法提要

用硝酸将试样解聚,在 pH=3 时加过量的乙二胺四乙酸二钠溶液使 EDTA 与铝离子络合,然后用氯化锌标准滴定溶液回滴过量 EDTA 溶液。

5.1.1.2 试剂和材料

5.1.1.2.1 硝酸溶液:1+12。

5.1.1.2.2 氨水溶液:1+1。

5.1.1.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:c(EDTA)约为 0.05 mol/L。

5.1.1.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=5.5):称取乙酸钠(三水)272 g 溶于水中,加冰乙酸 19 mL,稀释至 1 000 mL。

5.1.1.2.5 氧化铝标准溶液:1 mL 含 0.001 g Al₂O₃。

称取 0.529 3 g 高纯铝(≥99.99%),精确至 0.2 mg,置于 200 mL 聚乙烯杯中,加水 20 mL,加氢氧化钠约 3 g,使其全部溶解透明(必要时在水浴上加热),用盐酸溶液(1+1)调节至酸性后再加 10 mL,使其透明,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶,稀至刻度,摇匀。

5.1.1.2.6 百里酚蓝溶液:1 g/L 乙醇溶液。

5.1.1.2.7 二甲酚橙指示液:5 g/L。

5.1.1.2.8 氯化锌标准滴定溶液:c(ZnCl₂)约 0.025 mol/L。

5.1.1.2.8.1 配制

称取 3.5 g 氯化锌(ZnCl₂),溶于盐酸溶液[0.05%(体积分数)]中,稀释至 1 L,摇匀。

5.1.1.2.8.2 标定

移取 20.00 mL EDTA 溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 5.1.1.3 步骤进行操作,读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 V₀,mL。

移取 20.00 mL EDTA 溶液和 40 mL 氧化铝标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 5.1.1.3 步

骤进行操作,读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 V , mL。

5.1.1.2.8.3 结果计算

氯化锌标准滴定溶液浓度 $c(\text{ZnCl}_2)$, 数值以摩尔每升 (mol/L) 表示, 按式(1)计算:

$$c(\text{ZnCl}_2) = \frac{V_1 c_1 \times 10^3}{M/2(V_0 - V)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- V_1 ——氧化铝标准溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- c_1 ——氧化铝标准溶液的浓度的数值, 单位为克每毫升 (g/mL);
- M ——氧化铝的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=101.96$);
- V_0 ——空白消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- V ——返滴定时消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL)。

5.1.1.3 分析步骤

称取约 8 g 液体试样或 2.5 g 固体试样, 精确至 0.2 mg。用不含二氧化碳的水溶解, 移入 250 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。若稀释液浑浊, 用中速滤纸干过滤, 此为试液 A。

用移液管移取 10 mL 试液 A, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加 10 mL 硝酸溶液, 煮沸 1 min, 冷却至室温后加 20.00 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液, 加百里酚蓝溶液 3~4 滴, 用氨水溶液中和至试液从红色到黄色, 煮沸 2 min。冷却后加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 2 滴二甲酚橙指示液, 加水 50 mL, 用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由淡黄色变为微红色即为终点, 同时做空白试验。

5.1.1.4 结果计算

氧化铝 (Al_2O_3) 含量以质量分数 w_1 计, 数值以 % 表示, 按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0/1\,000 - V/1\,000)cM/2}{m \times 10/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- V_0 ——空白试验消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- V ——试样消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- c ——氯化锌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 ——试料的质量的数值, 单位为克 (g);
- M ——氧化铝的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=101.96$)。

5.1.1.5 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: 液体产品不大于 0.1%; 固体产品不大于 0.2%。

5.1.2 硫酸铜标准溶液滴定法

5.1.2.1 方法提要

在 pH4.3 时使 EDTA 与铝离子络合, 以 PAN 为指示剂, 用硫酸铜标准滴定溶液回滴过量 EDTA 溶液。

5.1.2.2 试剂和材料

5.1.2.2.1 盐酸溶液: 1+1。

5.1.2.2.2 氨水溶液: 1+1。

5.1.2.2.3 缓冲溶液 (pH 约 4.3): 将 42.3 g 无水乙酸钠溶于水中, 加 80 mL 冰乙酸, 用水稀释至 1 L, 摇匀。

5.1.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.05 mol/L。

5.1.2.2.5 氧化铝标准溶液: 1 mL 含 0.001 g Al_2O_3 。

同 5.1.1.2.5。

5.1.2.2.6 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示溶液:将 0.3 g PAN 溶于 100 mL 95%乙醇中。

5.1.2.2.7 硫酸铜标准滴定溶液: $c(\text{CuSO}_4)$ 约 0.025 mol/L。

5.1.2.2.7.1 配制

称取 6.3 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水,加 2 滴硫酸溶液(1+1),用水稀释至 1 L,摇匀。

5.1.2.2.7.2 标定

移取 20.00 mL EDTA 溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 5.1.2.3 步骤进行操作,读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量 V_0 ,mL。

移取 20.00 mL EDTA 溶液和 20 mL 氧化铝标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 5.1.2.3 步骤进行操作,读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量 V ,mL。

5.1.2.2.7.3 结果计算

硫酸铜标准滴定溶液浓度 $c(\text{CuSO}_4)$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(3)计算:

$$c(\text{CuSO}_4) = \frac{V_1 c_1 \times 10^3}{M/2(V_0 - V)} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V_1 ——氧化铝标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——氧化铝标准溶液的浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=101.96$);

V_0 ——空白消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——返滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.1.2.3 分析步骤

用移液管移取 10 mL 试液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加盐酸溶液(1+1)2 mL,煮沸 1 min,加 20.00 mL EDTA 溶液,加水至约 100 mL,加热至约 70 °C~80 °C,用氨水溶液(1+1)调节 pH 值至 3.5~4.0(用 0.5~5 精密 pH 试纸检查),加 15.00 mL pH4.3 缓冲溶液,煮沸 2 min,加 4~5 滴 PAN 指示剂,稍冷(约 95 °C)以硫酸铜标准滴定溶液滴定至蓝紫色。同时做空白试验。

5.1.2.4 结果计算

氧化铝(Al_2O_3)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0/1\,000 - V/1\,000)cM/2}{m \times (10/250)} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

V_0 ——空白消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——试样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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol),($M=101.96$)。

5.1.2.5 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:液体产品不大于 0.1%;固体产品不大于 0.2%。

5.2 盐基度的测定

5.2.1 方法提要

在试样中加入定量盐酸溶液,以氟化钾掩蔽铝离子,以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})$ 约 0.5 mol/L。

5.2.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.5 mol/L。

5.2.2.3 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。

5.2.2.4 氟化钾溶液:500 g/L。

称取 500 g 氟化钾,以 200 mL 不含二氧化碳的蒸馏水溶解后,稀释至 1 000 mL。加入 2 滴酚酞指示液并用氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节溶液呈微红色,滤去不溶物后贮于塑料瓶中。

5.2.3 分析步骤

移取 25.00 mL 试液 A,置于 250 mL 磨口瓶中,加 20.00 mL 盐酸标准溶液,接上磨口玻璃冷凝管,煮沸回流 2 min,冷却至室温。转移至聚乙烯杯中,加入 20 mL 氟化钾溶液,摇匀。加入 5 滴酚酞指示液,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈现微红色即为终点。同时用不含二氧化碳的蒸馏水做空白试验。

5.2.4 结果计算

盐基度以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{(V_0/1\,000 - V/1\,000)cM}{\frac{mw_1}{100} \times \frac{25}{250} \times \frac{0.5293}{8.994}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——测定试样消耗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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

w_1 ——5.2.1 测得的氧化铝的质量分数,%;

M ——氢氧根[OH⁻]的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=16.99$);

0.5293——Al₂O₃ 折算成 Al 的系数;

8.994—— $\left[\frac{1}{3}\text{Al}\right]$ 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

5.2.5 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 2.0%。

5.3 密度的测定

5.3.1 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。

5.3.2 仪器、设备

5.3.2.1 密度计:分度值为 0.001。

5.3.2.2 恒温水浴:可控温度(20±1)℃。

5.3.2.3 温度计:分度值为 1℃。

5.3.2.4 量筒:250 mL 或 500 mL。

5.3.3 分析步骤

将液体聚氯化铝试样注入清洁、干燥的量筒内,不得有气泡。将量筒置于(20±1)℃的恒温水浴中。待温度恒定后,将密度计缓缓地放入试样中。待密度计在试样中稳定后,读出密度计弯月面下缘的刻度(标有弯月面上缘刻度的密度计除外),即为 20℃时试样的密度。

5.4 不溶物含量的测定

5.4.1 方法提要

试样用 pH 值 2~3 的水溶解后,经过滤、洗涤、烘干至恒量,求出不溶物含量。

5.4.2 试剂和材料

稀释用水(pH 值 2.0~2.5)的配制:取 1 L 水,边搅拌边加入约 22 mL 0.5 mol/L 盐酸溶液,调节

pH 至 2.0~2.5(用酸度计测量)。

5.4.3 仪器、设备

5.4.3.1 电热恒温干燥箱:10℃~200℃。

5.4.3.2 布氏漏斗: $d=100$ mm。

5.4.4 分析步骤

称取约 10 g 液体试样或约 3 g 固体试样,精确至 0.001 g。置于 250 mL 烧杯中,加入约 150 mL 稀释用水,充分搅拌,使试样溶解。然后,在布氏漏斗中,用恒量的中速定量滤纸抽滤。

用水洗至无 Cl^- 时(用硝酸银溶液检验),将滤纸连同滤渣于 100℃~105℃ 干燥至恒量。

5.4.5 结果计算

不溶物含量以质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

m_1 ——滤纸和滤渣的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——滤纸的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,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,平行测定结果的绝对差值,液体样品不大于 0.03%,固体样品不大于 0.1%。

5.5 pH 值的测定

5.5.1 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。

5.5.2 分析步骤

5.5.2.1 试液的制备

称取 1.0 g 试样,精确至 0.01 g,用水溶解后,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.2 测定

将试样溶液倒入烧杯中,置于磁力搅拌器上,将电极浸入被测溶液中,开动搅拌,在已定位的酸度计上读出 pH 值。

5.6 砷含量的测定

5.6.1 DDTC 银法(仲裁法)

5.6.1.1 方法提要

在酸性介质中,将砷还原成砷化氢气体,用二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液吸收砷化氢气体,形成紫红色物质,在 510 nm 处测其吸光度。

5.6.1.2 试剂和材料

5.6.1.2.1 无砷锌粒。

5.6.1.2.2 三氯甲烷。

5.6.1.2.3 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶液:20 g/L。

5.6.1.2.4 碘化钾溶液:150 g/L。

5.6.1.2.5 氯化亚锡盐酸溶液。

5.6.1.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液:

称取 1.0 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,研碎后,边研磨边加入 100 mL 三氯甲烷。然后加入 18 mL 三乙基胺,再用三氯甲烷稀释至 1 000 mL,摇匀。静置过夜。用脱脂棉过滤,保存于棕色瓶中,置冰箱中保存。

5.6.1.2.7 砷标准贮备液:1.00 mL 含 0.1 mgAs。

5.6.1.2.8 砷标准溶液:1.00 mL 含 0.001 mgAs。

移取 10.00 mL 砷标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,混匀。临用时移取此溶液 10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.6.1.2.9 乙酸铅脱脂棉。

5.6.1.3 仪器、设备

5.6.1.3.1 分光光度计。

5.6.1.3.2 定砷器:符合 GB/T 610 中 4.2.2.3 的规定。

5.6.1.4 分析步骤

5.6.1.4.1 校准曲线的绘制

- a) 在 6 个干燥的定砷瓶中,依次加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 砷标准溶液,再依次加入 30 mL、29 mL、28 mL、27 mL、26 mL、25 mL 水使溶液总体积为 30 mL;
- b) 在各定砷瓶中加入 20 mL 氯化亚锡盐酸溶液、5 mL 碘化钾溶液和 1 mL 硫酸铜溶液,摇匀。此时溶液中的酸度 c (以 H^+ 计)应在 1.8 mol/L~2.6 mol/L 之间。于暗处放置 30 min~40 min,加 5 g 无砷锌粒于定砷器中,立即将塞有乙酸铅脱脂棉、盛有 5.0 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷溶液(吸收液)的吸收管装在定砷瓶上,反应 25 min~35 min(避免阳光直射。如果吸收液挥发太快,应注意补充三氯甲烷)。取下吸收管(勿使吸收液倒吸),用三氯甲烷将吸收液补充至 5.0 mL,混匀;
- c) 在波长 510 nm 处,用 1 cm 吸收池,以试剂空白为参比,测定吸光度;
- d) 以砷含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.6.1.4.2 测定

称取约 10 g 液体试样或 3.3 g 固体试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 蒸发皿中。加入 10 mL 硫酸溶液(1+1),在沸水浴上蒸至近干。冷却,以热水溶解(如有不溶物应过滤除去),再移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试液 B。

移取 10 mL 试液 B 于定砷瓶中,加入 20 mL 水。然后按校准曲线的绘制中的 b)、c)步骤操作,测定吸光度。

5.6.1.5 结果计算

砷的含量以质量分数 w_6 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{10}{100}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得的砷含量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.6.1.6 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 0.000 05%。

5.6.2 砷斑法

5.6.2.1 方法提要

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将 $As(V)$ 还原为 $As(III)$,加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使 $As(III)$ 进一步还原为砷化氢,砷化氢气体与溴化汞试纸作用时,产生棕黄色的汞砷化合物,可用于砷的目视比色法测定。

5.6.2.2 试剂和材料

5.6.2.2.1 盐酸。

- 5.6.2.2.2 碘化钾。
- 5.6.2.2.3 硫酸溶液:1+1。
- 5.6.2.2.4 氯化亚锡溶液:400 g/L。
- 5.6.2.2.5 氢氧化钠溶液:100 g/L。
- 5.6.2.2.6 无砷锌粒。
- 5.6.2.2.7 乙酸铅棉花。
- 5.6.2.2.8 溴化汞试纸。
- 5.6.2.2.9 砷标准贮备液:1 mL 含 0.1 mg As。
- 5.6.2.2.10 砷标准溶液:1 mL 含 0.001 mg As。

5.6.2.3 仪器、设备

定砷器:同 GB/T 610 中 4.1.2.2 规定。

5.6.2.4 分析步骤

移取 10.00 mL 试液 B,置于定砷器的广口瓶中,在另一定砷器的广口瓶中,准确加入 2.00 mL 砷标准溶液。分别稀释至 70 mL。加 6 mL 盐酸,摇匀,加 1 g 碘化钾和 0.2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀后放置 10 min。加 2.5 g 无砷锌粒,立即按 GB/T 610 中的图 1 装好装置,于暗处在 25 °C~30 °C 放置 1 h~1.5 h。比较溴化汞试纸的颜色,即可判定。

5.7 铅含量的测定

5.7.1 方法提要

用电加热原子吸收光谱法,在波长 283.3 nm 处测定吸光度。

5.7.2 试剂和材料

- 5.7.2.1 硝酸溶液:1+1。
- 5.7.2.2 铅标准贮备液:1 mL 含 0.1 mg Pb。

称取 0.100 g 铅(99.9%以上),精确至 0.2 mg,加 20 mL 硝酸溶液溶解,加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

- 5.7.2.3 铅标准溶液:1 mL 含 0.001 mg Pb。

移取 10.00 mL 铅标准贮备液放入 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.3 仪器、设备

- 5.7.3.1 微量进液装置:装有按钮式 5 μ L~500 μ L 微量液体流量计或自动进样器。
- 5.7.3.2 电加热原子吸收分析装置:带电加热方式,可进行反向接地补偿。
- 5.7.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。
- 5.7.3.4 铅空心阴极灯。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 称取约 10 g 液体试样或 3.3 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加水 30 mL、硝酸溶液 10 mL,盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温后转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此为试液 C,供测 Pb、Cd 使用。

5.7.4.2 分别移取 5.00 mL 试液 C,置于四个 50 mL 容量瓶中,并依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 铅标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用微量进液装置将配好的试样注入发热炉,经干燥、灰化、原子化后,在 283.3 nm 处测其吸光度。以加入标准溶液的铅浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为所测试样中铅的含量。

5.7.5 结果计算

铅的含量以质量分数 w_7 计,数值以 % 表示,按式(8)计算:

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{5}{1\,000}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m ——试样中铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.7.6 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0.000 2%。

5.8 镉含量的测定

5.8.1 方法提要

用电加热原子吸收光谱法,在波长228.8 nm处测定吸光度,求出镉含量。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.8.2.2 镉标准贮备液:1 mL含0.1 mgCd。

称取0.100 g金属镉(99.9%以上),精确至0.2 mg,置于100 mL烧杯中,加20 mL硝酸溶液溶解,加热驱除氮氧化物,冷却后移入1 000 mL容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

5.8.2.3 镉标准溶液:1 mL含0.000 1 mg Cd。

移取10.00 mL镉标准贮备液放入1 000 mL容量瓶中,加20 mL硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。再取10.00 mL该溶液于100 mL容量瓶中,加入2 mL硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

5.8.3 仪器、设备

5.8.3.1 微量进液装置:装有按钮式5 μ L~500 μ L微量液体流量计或自动进样器。

5.8.3.2 电加热原子吸收分析装置:带电加热方式,可进行反向接地补偿。

5.8.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。

5.8.3.4 镉空心阴极灯。

5.8.4 分析步骤

分别移取5.00 mL试液C,置于四个50 mL容量瓶中,并依次加入0.00 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.50 mL镉标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用微量进液装置将配好的试样注入发热炉,经干燥、灰化、原子化后,在228.8 nm处测其吸光度。以加入标准溶液的镉浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为所测试样中镉的含量。

5.8.5 结果计算

镉的含量以质量分数 w_8 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_8 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{5}{1\,000}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

m ——试样中镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.8.6 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0.000 05%。

5.9 汞含量的测定

5.9.1 分光光度法

5.9.1.1 方法提要

将试样中的汞用高锰酸钾氧化成二价汞离子,过量的高锰酸钾用盐酸羟胺还原后,在硫酸酸性溶液

中用双硫脲四氯化碳溶液来萃取。在萃取液中加盐酸进行反萃取。然后将水层 pH 值调节为 4.8~5.5, 再用双硫脲四氯化碳溶液萃取汞离子, 过量的双硫脲用氨水洗净后, 由分光光度法求出汞的含量。

5.9.1.2 试剂和材料

5.9.1.2.1 硫酸溶液:1+1。

5.9.1.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.9.1.2.3 硝酸。

5.9.1.2.4 乙酸溶液:1+2。

5.9.1.2.5 氨水溶液:1+2。

5.9.1.2.6 氨水溶液:1+3。

5.9.1.2.7 氨性洗液:取氨水 1 mL, 加水稀释到 100 mL, 加 EDTA 溶液 5 mL。

5.9.1.2.8 高锰酸钾。

5.9.1.2.9 盐酸羟胺溶液:200 g/L。

称取盐酸羟胺 20 g 溶于水中, 并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗, 加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL, 振摇后静置, 弃去四氯化碳层。重复这项操作, 直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.9.1.2.10 尿素溶液:200 g/L。

称取尿素 20 g 溶于水中, 并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗, 加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL, 振摇后静置, 弃去四氯化碳层。重复这项操作, 直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.9.1.2.11 乙二胺四乙酸二钠溶液:38 g/L。

称取乙二胺四乙酸二钠(二水盐)3.8 g 溶于水中, 并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗, 加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL, 振摇后静置, 弃去四氯化碳层。重复这项操作。直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.9.1.2.12 精制四氯化碳:在四氯化碳中, 加入约占其容量 5% 的硫酸摇混, 静置后弃去硫酸层。重复操作到硫酸层无色为止。然后水洗, 加块状氧化钙摇混, 将混有氧化钙的四氯化碳进行蒸馏, 收集 77 °C 的馏分。

5.9.1.2.13 双硫脲四氯化碳贮备溶液:0.1 g/L。

取双硫脲(二苯基硫卡巴脲)放入玛瑙研钵, 研成细粉。取其 100 mg, 加 1 L 精制四氯化碳, 不时地搅拌, 静置 24 h 以上使双硫脲完全溶解。

5.9.1.2.14 双硫脲四氯化碳浓溶液:0.05 g/L。

移取双硫脲四氯化碳贮备溶液 100.00 mL 于 200 mL 容量瓶中, 加精制四氯化碳至刻度。

5.9.1.2.15 双硫脲四氯化碳溶液:0.005 g/L。

移取双硫脲四氯化碳浓溶液 50.00 mL 于 500 mL 容量瓶中, 加精制四氯化碳至刻度。

5.9.1.2.16 酚红的乙醇溶液:1 g/L。

称取酚红 0.1 g, 溶于 20 mL 95% 乙醇, 用水稀释成 100 mL。

5.9.1.2.17 汞标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Hg。

5.9.1.2.18 汞标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mg Hg。

移取汞标准贮备液 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 并稀释至刻度。再取 10.00 mL 此溶液于 100 mL 容量瓶中, 并稀释至刻度, 此溶液现用现配。

5.9.1.3 仪器、设备

5.9.1.3.1 分液漏斗:50 mL、100 mL、1 000 mL。

5.9.1.3.2 回流冷凝装置:1 000 mL 圆底磨口烧瓶, 冷凝管长 30 cm 以上。

5.9.1.3.3 玻璃珠: $d=2\text{ mm}\sim 4\text{ mm}$ 。

5.9.1.3.4 分光光度计。

5.9.1.4 分析步骤

5.9.1.4.1 称取液体试样约 25 g, 固体试样约 8.5 g, 精确到 0.01 g。放入回流冷凝装置的烧瓶中, 加水约 300 mL、硝酸 30 mL 和高锰酸钾 1 g, 轻轻地摇匀, 放入几粒玻璃珠后, 装上回流冷凝管, 缓缓加热, 煮沸 1 h。

5.9.1.4.2 如果煮沸过程中高锰酸钾的颜色消失, 可停止加热, 待液温下降到约 40 °C 时加 1 g 高锰酸钾, 继续加热煮沸。重复这项操作, 直到高锰酸钾的颜色保持 10 min 以上不褪色为止。

5.9.1.4.3 煮沸 1 h 后放冷到液温约 40 °C, 取下烧瓶, 滴加盐酸羟胺溶液直到高锰酸钾颜色消失为止。加几滴酚红的乙醇溶液, 边冷却边加氨水溶液, 直到溶液颜色变红为止。

5.9.1.4.4 加硫酸溶液 15 mL, 盐酸羟胺溶液 5 mL 和尿素溶液 5 mL 后, 移入 500 mL 分液漏斗。在其中加入双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL, 剧烈振摇 2 min。静置后, 将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗。

5.9.1.4.5 在水层中再加双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL, 剧烈振摇 2 min。静置后将四氯化碳层合并到刚才分离出来的四氯化碳层中, 弃去水层。

5.9.1.4.6 给四氯化碳层加水 20 mL, 通过振摇 30 s 来洗涤四氯化碳层, 静置后, 将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗, 弃去水层。

5.9.1.4.7 给四氯化碳层加盐酸溶液 10 mL, 振摇 30 s, 静置后将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗, 保留水层。

5.9.1.4.8 给四氯化碳层加盐酸溶液 5 mL, 振摇后静置, 弃去四氯化碳层, 水层则合并到前项保留的水层中。

5.9.1.4.9 水层用水稀释到约 50 mL, 加盐酸羟胺溶液 0.5 mL, 乙酸溶液 2 mL, EDTA 溶液 1 mL 和氨水溶液(1+2)10 mL。

5.9.1.4.10 使用溴甲酚绿 pH 试纸, 小心滴加氨水溶液(1+3)调节 pH 值到 4.8~5.5(当 pH 值超过 5.5 时, 整个方法报废), 准确加入双硫脲四氯化碳溶液 10 mL, 剧烈振摇 2 min。静置后, 将四氯化碳移入 50 mL 分液漏斗, 弃去水层。

5.9.1.4.11 给四氯化碳层加氨性洗液 10 mL, 剧烈振摇 30 s, 静置后只将水层用移液管或滴液管吸出。重复这项操作, 直到氨性洗液成为无色为止。

5.9.1.4.12 将四氯化碳注入 10 mm 吸收池, 测在波长 490 nm 处的吸光度。

5.9.1.4.13 标准曲线的绘制: 依次移取汞标准溶液 1.00 mL~15.00 mL, 放入 100 mL 分液漏斗, 加盐酸溶液 15 mL, 用水稀释至大约 50 mL。加盐酸羟胺溶液 0.5 mL, 乙酸溶液 2 mL, EDTA 溶液 1 mL 和氨水(1+2)10 mL。然后按照 5.9.1.4.10~5.9.1.4.12 同样操作, 以汞含量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制标准曲线。同时做空白试验。

5.9.1.5 结果计算:

汞的含量以质量分数 w_9 计, 数值以 % 表示, 按式(10)计算:

$$w_9 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

m ——从校准曲线查出的汞的质量的数值, 单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值, 单位为克(g)。

5.9.1.6 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 0.000 005%。

5.9.2 冷原子吸收法

5.9.2.1 方法提要

在酸性介质中, 将试样中的汞氧化成二价汞离子, 用氯化亚锡将汞离子还原成汞原子, 用冷原子吸

收法测定汞。

5.9.2.2 试剂和材料

5.9.2.2.1 硫酸-硝酸混合液:

将 200 mL 硫酸(优级纯)缓慢加入 300 mL 水中,同时不断搅拌。冷却后加入 100 mL 硝酸(优级纯),混匀。

5.9.2.2.2 硫酸(优级纯)溶液:1+71。

5.9.2.2.3 盐酸(优级纯)溶液:1+11。

5.9.2.2.4 高锰酸钾(优级纯)溶液:10 g/L。

5.9.2.2.5 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

5.9.2.2.6 氯化亚锡溶液:50 g/L。

称取 5.0 g 氯化亚锡,置于 200 mL 烧杯中。加入 10 mL 盐酸溶液及适量水使其溶解,稀释至 100 mL,混匀。

5.9.2.2.7 汞标准贮备液:1 mL 溶液含 0.1 mg Hg。

5.9.2.2.8 汞标准溶液:1 mL 含 0.001 mg Hg。

5.9.2.3 仪器、设备

5.9.2.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

5.9.2.3.2 汞空心阴极灯。

5.9.2.4 分析步骤

5.9.2.4.1 校准曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中,依次加入汞标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,加水至 40 mL。加入 3 mL 硫酸-硝酸混合液和 1 mL 高锰酸钾溶液,摇匀,静置 15 min。再滴加盐酸羟胺溶液至试液红色恰好消失,用水稀释至刻度,摇匀。

在波长 253.7 nm 处,以氯化亚锡溶液还原后的试剂空白所产生的汞蒸气为参比,测出以氯化亚锡溶液还原后各标准试液所产生汞蒸气的吸光度。

以汞含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

5.9.2.4.2 测定

移取 10 mL 由测定砷得到的试液 B 移入 50 mL 容量瓶中。以下按校准曲线的绘制中加入汞标准溶液以后的步骤进行操作,测出以氯化亚锡还原后试样溶液所产生汞蒸气的吸光度。

5.9.2.5 结果计算

汞的含量以质量分数 w_{10} 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_{10} = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{10}{100}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得的汞含量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.9.2.6 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 0.000 002%。

5.10 六价铬含量的测定

5.10.1 方法提要

用氨水将 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 生成氢氧化物或碱式盐,沉淀弃去。用原子吸收光谱法测定铬。

5.10.2 试剂与材料

5.10.2.1 氨水溶液:1+1。

5.10.2.2 甲基红指示剂:1 g/L 乙醇溶液。

5.10.3 仪器、设备

5.10.3.1 原子吸收分光光度计。

5.10.3.2 铬空心阴极灯。

5.10.3.3 铬标准贮备溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Cr。

5.10.3.4 铬标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mg Cr。

5.10.4 分析步骤

5.10.4.1 试样的制备

称取约 10 g 液体试样或 3.3 g 固体试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加水 50 mL 水溶解,加入 2 滴甲基红指示剂,在搅拌下用氨水溶液调节至溶液由红色变为黄色为止,加热至微沸,使沉淀凝聚。冷却后,转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用快速定性滤纸干过滤,滤液留作测定用。

5.10.4.2 校准曲线的绘制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含铬量为 0.00 mg、0.01 mg、0.02 mg、0.03 mg、0.04 mg,在仪器的最佳工作条件下,于波长 357.9 nm 处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铬含量为横坐标,绘制校准曲线。

5.10.4.3 试样的测定

按校准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测定其吸光度,从校准曲线中求得相应的铬含量。

5.10.5 结果计算

铬的含量以质量分数 w_{11} 计,数值以 % 表示,按式(12)计算:

$$w_{11} = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

m ——从校准曲线中查得的铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.10.6 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 0.000 1%。

6 检验规则

6.1 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 3 个月至少进行一次型式检验。其中密度、氧化铝、盐基度、不溶物、pH 值等指标项目应逐批检验。若需判定每批聚氯化铝的混凝性能,参见附录 A。

6.2 生活饮用水用聚氯化铝应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都应符合本标准要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、产品名称、类别、净质量、批号和生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 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。

6.4 每批产品液体应不超过 200 t,固体应不超过 60 t。

6.5 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

对于桶装液体产品,采样时应将采样器深入桶内,从上、中、下部位采样量不少于 100 mL。将所采样品混匀,从中取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的玻璃瓶中,密封。

对于袋装固体产品,采样时应将采样器垂直插入到袋深的四分之三处采样,每袋所采样品不少于 100 g。将所采样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。

对于用贮罐装运的液体产品,应用采样器从罐的上、中、下部位采样。每个部位采样量不少于 250 mL。将所采样品混匀,取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。

在密封的样品瓶上粘标签,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 3 个月备查。

6.6 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。

6.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 生活饮用水用聚氯化铝(固体)的外包装上应有涂刷牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、净质量、批号和生产日期、标准编号以及 GB/T 191 规定的“标志 7 怕湿”。

7.2 生活饮用水用聚氯化铝(固体)采用双层包装,内包装采用聚乙烯薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm,包装容积应大于外包装,外包装的性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。每袋净质量 25 kg、50 kg(或依顾客要求而定)。

7.3 生活饮用水用聚氯化铝(液体)采用聚乙烯塑料桶包装。用户需要时,生活饮用水用聚氯化铝(液体)也可用贮罐装运。

7.4 生活饮用水用聚氯化铝在运输过程中应有遮盖物,避免雨淋、受潮;并保持包装完整、标志清晰。

7.5 生活饮用水用聚氯化铝应贮存在通风干燥的库房内。液体产品保质期 6 个月,固体产品保质期 12 个月。

附 录 A
(资料性附录)
混凝性能的判定

A.1 方法提要

用自然原水(江河、湖泊、水库等地面水源水),用混凝沉淀试验搅拌机进行混凝沉淀试验,根据试验结果判断混凝性能。

A.2 仪器、设备

A.2.1 混凝沉淀试验搅拌机。

A.2.2 散射光浊度仪。

A.3 混凝沉淀试验

A.3.1 聚氯化铝稀释液的配置

称取聚氯化铝试样,放入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,使稀释液 Al_2O_3 含量为 1.0 mg/mL~10 mg/mL。该液应在使用当天配制。

A.3.2 设置试验程序

混合	500 r/min ~1 000 r/min	30 s ~60 s
絮凝	20 r/min ~200 r/min	10 min ~30 min
沉淀		10 min ~30 min

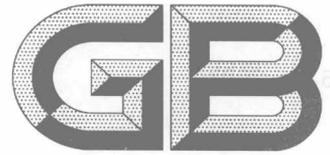
A.3.3 将原水注入 6 个完全相同的烧杯中,加至 1 000 mL 刻度处。将聚氯化铝稀释液用刻度吸管依大小顺序,依次放入加药试管中。

A.3.4 启动混凝沉淀试验搅拌机,试验参照程序 A.3.2 进行。沉淀时间到,取澄清水样,测定剩余浊度等水质指标。

A.3.5 试验期间,同时观测絮凝体形成时间、形状、大小和沉降状况,并作记录。

A.4 混凝沉淀效果的评价

根据混凝剂投加量、澄清水剩余浊度和其他水质指标以及观测状况,绘制曲线或作表,评价混凝沉淀效果。



中华人民共和国国家标准

GB 17514—2008
代替 GB 17514—1998



2008-09-18 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准中表 1 中 I 类产品指标为强制性的, II 类产品指标和其他条文为推荐性的。

本标准代替 GB 17514—1998《水处理剂 聚丙烯酰胺》。

本标准与 GB 17514—1998 相比主要变化如下:

- 增加了产品分类;
- 将“污水处理用”改为“II 类”并不再分等级;
- 丙烯酰胺单体含量“I 类”由“ $\leq 0.05\%$ ”改为“ $\leq 0.025\%$ ”;“II 类”由“ $\leq 0.10\%$ ”、“ $\leq 0.20\%$ ”改为“ $\leq 0.05\%$ ”;
- 溶解时间做了调整。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:同济大学、安徽天润化学工业股份有限公司、天津化工研究设计院、杭州银湖化工有限公司。

本标准主要起草人:李风亭、陶阿晖、李琳、俞益平、潘娣、白莹、邵宏谦、朱传俊。

本标准于 1998 年首次发布。

水处理剂 聚丙烯酰胺

1 范围

本标准规定了水处理剂聚丙烯酰胺的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存等。本标准适用于非离子型和阴离子型的固体及胶体聚丙烯酰胺。该产品主要用作饮用水、工业及废水、污水处理的絮凝剂。

2 规范性引用文件

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 4946—1985 气相色谱法术语

GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛

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(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

3 产品分类

聚丙烯酰胺产品按用途分为两类，I类：饮用水处理用；II类：工业及废水、污水处理用。

4 技术要求

- 4.1 外观：固体聚丙烯酰胺为白色或微黄色颗粒或粉末；胶体聚丙烯酰胺为无色或微黄色胶状物。
- 4.2 分子量：根据用户要求提供，与标称值的相对偏差不大于10%。
- 4.3 水解度：与标称值的绝对差值不大于2%，或根据用户要求提供。非离子型产品，水解度不大于5%。
- 4.4 固含量：固体聚丙烯酰胺的固含量应符合表1要求，胶体聚丙烯酰胺的固含量应不小于标称值。
- 4.5 水处理剂聚丙烯酰胺还应符合表1要求。

表 1

项 目		指 标	
		I 类	II 类
固含量(固体), $w/\%$	\geq	90.0	88.0
丙烯酰胺单体含量(干基), $w/\%$	\leq	0.025	0.05
溶解时间(阴离子型)/min	\leq	60	90
溶解时间(非离子型)/min	\leq	90	120
筛余物(1.00 mm 筛网), $w/\%$	\leq	5	10
筛余物(180 μm 筛网), $w/\%$	\geq	85	80
不溶物(阴离子型), $w/\%$	\leq	0.3	2.0
不溶物(非离子型), $w/\%$	\leq	0.3	2.5

5 试验方法

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。试验中所需标准溶液、制剂及制品,在没有特殊注明时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.1 分子量的测定

5.1.1 方法提要

使用 85 g/L 的硝酸钠溶液将试样配制成稀溶液。用乌氏黏度计测定其极限黏数,按经验公式计算试样的分子量。

5.1.2 试剂和溶液

5.1.2.1 硝酸钠溶液:85 g/L。

5.1.3 仪器、设备

5.1.3.1 乌氏黏度计(如图 1):毛细管内径 0.55 mm($\pm 2\%$),30 °C ± 0.1 °C 时,85 g/L 硝酸钠溶液流过计时标线 E、F 的时间在 100 s~130 s 之间。

5.1.3.2 恒温水浴:可控制 30 °C ± 0.1 °C。

5.1.3.3 秒表:分度值 0.1 s。

5.1.3.4 耐酸滤过漏斗:G₃,40 mL。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 硝酸钠溶液流出时间的测定

将洁净、干燥的乌氏黏度计垂直置于 30 °C ± 0.1 °C 的恒温水浴中,使 D 球全部浸没在水面下。将经过 G₃ 耐酸滤过漏斗过滤的硝酸钠溶液加入到乌氏黏度计的充装标线 G、H 之间为止,恒温 10 min~15 min。将 M 管套一胶管,用夹子夹住。用洗耳球将硝酸钠溶液吸入到 D 球一半。取下洗耳球,开启 M 管。用秒表测量硝酸钠溶液流过计时标线 E、F 的时间。重复测定三次,误差不超过 0.2 s,取其平均值 t_0 。

5.1.4.2 试液的制备

用已知质量的干燥的 50 mL 烧杯称取约 0.03 g 固体试样或相当量的胶体试样,精确至 0.2 mg,用硝酸钠溶液溶解。全部转移到 100 mL 容量瓶中,用硝酸钠溶液稀释至刻度,摇匀。

5.1.4.3 测定

按 5.1.4.1 硝酸钠溶液流出时间测定的手续,测定试液的流出时间 t_1 。

5.1.5 结果计算

以 dL/g 表示的极限黏数 $[\eta]$ 按式(1)计算:

$$[\eta] = \frac{\sqrt{2(\eta_{sp} - \ln\eta_r)}}{\rho} = \frac{\sqrt{2[(t_1/t_0 - 1) - \ln(t_1/t_0)]}}{m\omega_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

η_{sp} ——增比黏度, $\eta_{sp} = \frac{(t_1 - t_0)}{t_0}$;

η_r ——相对黏度, $\frac{t_1}{t_0}$;

ρ ——试液的质量浓度的数值,单位为克每分升(g/dL);

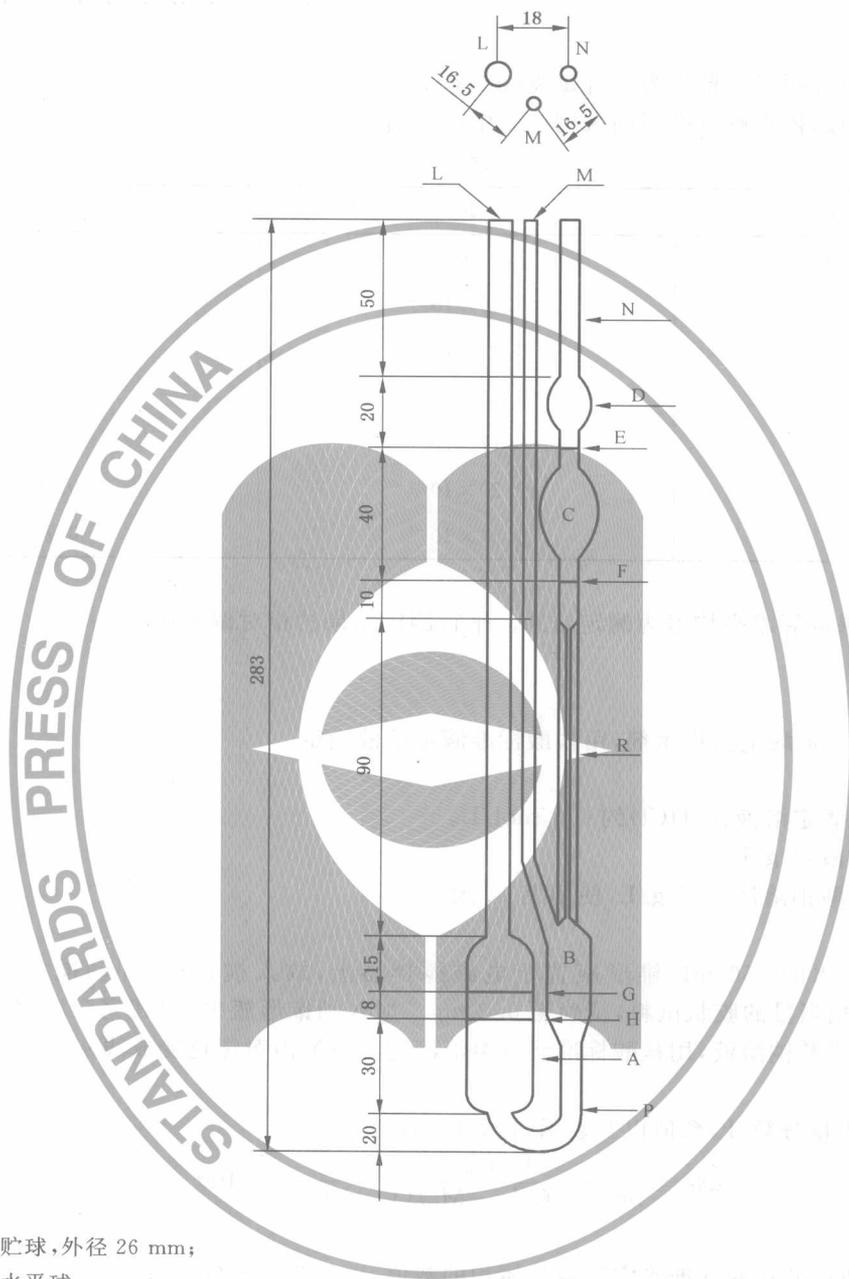
t_1 ——试液流过黏度计计时标线 E、F 的时间的数值,单位为秒(s);

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

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

ω_1 ——5.3 测得的固含量的质量分数,%。

单位为毫米



- A——低部贮球, 外径 26 mm;
- B——悬浮水平球;
- C——计时球, 容积 4.0 mL(±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(±5%);
- R——工作毛细管, 内径 0.55 mm(±2%)。

图 1 乌氏黏度计

分子量 M 按式(2)计算:

$$[\eta] = KM^\alpha \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$[\eta]$ ——极限黏数的数值,单位为分升每克(dL/g);
 K, α ——经验常数,依水解度的不同采用表 2 中的数值。

表 2

水解度/%	K	α
0	3.73×10^{-4}	0.66
5	3.36×10^{-4}	0.68
10	3.22×10^{-4}	0.692
15	3.15×10^{-4}	0.70
20	3.17×10^{-4}	0.705
25	3.20×10^{-4}	0.707
30	3.34×10^{-4}	0.708

5.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的相对偏差不大于 5%。

5.2 水解度的测定

5.2.1 方法提要

以甲基橙-靛蓝二磺酸钠为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约 0.1 mol/L。

5.2.2.2 甲基橙溶液:1 g/L。

5.2.2.3 靛蓝二磺酸钠溶液:2.5 g/L,使用期 10 天。

5.2.3 分析步骤

将盛有 100 mL 水的 250 mL 锥形瓶置于电磁搅拌器上,放入搅拌子,开动搅拌。分别称取约 0.03 g 粉状试样或相当量的胶状试料,精确至 0.2 mg。加入到锥形瓶中,使其完全溶解。加 1 滴甲基橙溶液、1 滴靛蓝二磺酸钠溶液,用盐酸标准滴定溶液滴定。溶液由黄绿色变成浅灰色即为终点。

5.2.4 结果计算

水解度 w_H 以质量分数计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_H = \frac{(V/1\ 000)cM_1}{mw_1 - (M_2 - M_1)(V/1\ 000)c} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V ——滴定中消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 c ——盐酸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_1 ——丙烯酰胺键节的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 71.07$);
 M_2 ——丙烯酸钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 94.04$);
 m ——试料的质量的数值,单位为克(g);
 w_1 ——试样的固含量的质量分数,用%表示。

5.2.5 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 1%。

5.3 固含量的测定

5.3.1 方法提要

在一定温度下,将试样置于电热干燥箱内烘干至恒量。

5.3.2 仪器、设备

一般实验室仪器和以下仪器。

5.3.2.1 电热干燥箱:温度可控制在 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.2.2 称量瓶: $\Phi 40\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ 或铝盘。

5.3.3 分析步骤

使用预先于 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥恒量的称量瓶称取约 1 g 试样,精确至 0.2 mg,置于电热干燥箱中,在 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒量。

5.3.4 结果计算

固含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——干燥后试样与称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

5.3.5 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,固体产品不大于 0.5%,胶体产品不大于 0.3%。

5.4 丙烯酰胺单体含量的测定

5.4.1 气相色谱法(仲裁法)

5.4.1.1 方法提要

用规定体积和浓度的甲醇-水溶液浸取聚丙烯酰胺至平衡,用气相色谱法测定浸取液中丙烯酰胺色谱峰面积。

5.4.1.2 试剂和材料

5.4.1.2.1 甲醇。

5.4.1.2.2 甲醇-水混合溶剂:体积比 8:2。

5.4.1.2.3 氮气:纯度 99.99%。

5.4.1.2.4 载体:Chromosorb W-HP 型,粒度 $180\text{ }\mu\text{m}\sim 250\text{ }\mu\text{m}$ 。

5.4.1.2.5 固定液:聚乙二醇,相对分子质量 20 000。

5.4.1.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和以下设备。

5.4.1.3.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器,敏感度小于或等于 $1\times 10^{-10}\text{ g/s}$ 。

5.4.1.3.2 进样器:2 μL 或 5 μL 微量注射器。

5.4.1.3.3 色谱柱:长 2 m,内径 3 mm 的不锈钢柱,装填表面涂有与其质量比为 20% 聚乙二醇固定液的 Chromosorb W-HP 载体。使用前该色谱柱需在 $175\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 180\text{ }^{\circ}\text{C}$,以 20 mL/min 的氮气流老化处理 12 h 以上。

5.4.1.3.4 记录仪:满标量程 5 mV。

5.4.1.4 试液的制备

5.4.1.4.1 粉状聚丙烯酰胺试液

称取 2.9 g~3.1 g 固体试样,于干燥的 100 mL 具塞磨口锥形瓶中,精确至 0.2 mg,移取 30 mL 甲醇-水混合溶剂于锥形瓶中,盖上瓶塞。

摇动锥形瓶,使试样分散均匀,在室温下放置 20 h。然后将锥形瓶妥善地固定在康氏振荡器上,勿使瓶塞松动,于室温下振荡 4 h。静置后取上层清液作为试样溶液。

注:除用康氏振荡器外,也可以用电磁搅拌器,以能将试样搅动为宜。

5.4.1.4.2 胶状聚丙烯酰胺试液

称取 9 g~11 g 胶状试样于干燥的 250 mL 具塞磨口锥形瓶中,精确至 0.2 mg,加入相当试样含水体积 4 倍的甲醇,盖上瓶塞。以下按 5.4.1.4.1 操作。

5.4.1.5 分析步骤

5.4.1.5.1 调整仪器

气化室温度:230 °C。

柱温:165 °C。

检测器温度:230 °C~240 °C。

气体流速:氮气流速 20 mL/min;氢气流速 50 mL/min;空气流速 550 mL/min。

柱前压:约 0.16 MPa。

记录仪走纸速度:根据要求和色谱峰宽窄适当选择。

5.4.1.5.2 校准

5.4.1.5.2.1 外标法:按 GB/T 4946—1985 中的 5.15 进行。

5.4.1.5.2.2 丙烯酰胺标准样品的制备

将工业品或化学纯的固体丙烯酰胺经二次重结晶处理,即得含量为 99% 的丙烯酰胺标准样品。

5.4.1.5.2.3 丙烯酰胺标准溶液的配制

称取 0.100 0 g±0.000 1 g 丙烯酰胺置于 100 mL 烧杯中,加入约 15 mL 甲醇-水混合溶剂溶解。全部转移到 50 mL 容量瓶中,用甲醇-水混合溶剂稀释至刻度,得到含量为 2.00 mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液。

用移液管分别移取 5 mL、10 mL 含量为 2.00 mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液置于 20 mL 容量瓶中,用甲醇-水混合溶剂稀释至刻度,得到含量为 0.50 mg/mL 及 1.00 mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液。

用移液管移取 5 mL 含量为 2.00 mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇-水混合溶剂稀释至刻度,得到含量为 0.20 mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液。

用移液管移取 1 mL、2 mL、5 mL、10 mL 含量为 0.20 mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液,分别加到 4 个 20 mL 容量瓶中,用甲醇-水混合溶剂稀释至刻度,得到含量分别为 0.01 mg/mL、0.02 mg/mL、0.05 mg/mL、0.10 mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液。

5.4.1.5.2.4 校准曲线的绘制

按 5.4.1.5.1 调节色谱仪使之稳定一段时间,待记录仪基线呈直线后,用微量注射器分别吸取含量为 0.01 mg/mL、0.02 mg/mL、0.05 mg/mL、0.10 mg/mL、0.20 mg/mL、0.50 mg/mL、1.00 mg/mL、2.00 mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液各 2 μL 注入气相色谱仪内,并适当调节衰减,使色谱峰在记录纸上处于适当位置。

根据记录仪记录的不同丙烯酰胺标准溶液的色谱峰大小计算面积。

在双对数坐标纸上,以各丙烯酰胺标准溶液的含量为横坐标,以相应的色谱峰面积为纵坐标,绘制校准曲线。该校准曲线可绘制两条:由丙烯酰胺含量等于和小于 0.20 mg/mL 的各点对相应各色谱峰面积作图得一直线;由丙烯酰胺含量大于 0.10 mg/mL 的各点对相应色谱峰面积作图得另一直线。

5.4.1.5.3 测定

在 5.4.1.5.1 条的条件下,移取 2 μL 试液注入气相色谱仪内,得到相应的色谱峰。

根据记录得到的试液中丙烯酰胺的色谱峰大小计算面积。

由色谱峰面积,在校准曲线上查得对应的丙烯酰胺含量。

5.4.1.6 结果计算

丙烯酰胺单体以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_2 = \frac{V_p}{m w_1 \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中:

V ——试液中甲醇与水的体积之和的数值,单位为毫升(mL);

ρ ——由校准曲线查得的丙烯酰胺的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

w_1 ——5.3测得的试样的固含量的质量分数,用%表示。

5.4.1.7 允许差

取三次平行测定结果的算术平均值为测定结果。单个测定值与算术平均值的相对偏差不大于20%。

5.4.2 溴化法

5.4.2.1 方法提要

在试样溶液中加入过量的溴酸钾-溴化钾溶液,在酸性介质中溴酸钾和溴化钾反应生成的溴与试样中丙烯酰胺的双键加成。反应完成后,加入过量的碘化钾还原未反应的溴而生成碘,用硫代硫酸钠标准滴定溶液回滴析出的碘。

5.4.2.2 试剂和材料

5.4.2.2.1 盐酸。

5.4.2.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.4.2.2.3 碘化钾溶液:200 g/L。

5.4.2.2.4 甲醇-水提取液:体积比为8:2。

5.4.2.2.5 溴酸钾-溴化钾溶液: $c\left(\frac{1}{6}\text{KBrO}_3\right)$ 约0.1 mol/L。

5.4.2.2.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约0.05 mol/L。

5.4.2.2.7 淀粉指示液:10 g/L。

5.4.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和以下仪器。

5.4.2.3.1 康氏振荡器。

5.4.2.4 试验溶液制备

5.4.2.4.1 水溶液法

称取0.3 g~0.5 g粉状试样或相当于0.5 g固含量的胶状试样,精确至0.2 mg,置于250 mL碘量瓶中,加入100 mL水,振荡至试样完全溶解。

5.4.2.4.2 提取法

称取14 g~16 g粉状试样,精确至0.2 mg,置于250 mL锥形瓶中,用移液管加入150 mL提取液,用胶塞盖紧瓶口,在高于15℃的室温下放置20 h后,在康氏振荡器上振荡4 h。用移液管准确移取上层清液10 mL~40 mL[根据残留丙烯酰胺的大致含量确定移取量,使式(6)中试样和空白试验所耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积之差约为2 mL~4 mL],放入250 mL碘量瓶中,加水使总体积约为100 mL。

5.4.2.5 分析步骤

在5.4.2.4.1和5.4.2.4.2的试验溶液中,用移液管在碘量瓶中准确加入20 mL溴酸钾-溴化钾溶液,10 mL盐酸溶液,立即盖紧塞子,水封、摇匀,置于暗处30 min后迅速加入10 mL碘化钾溶液,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,滴定至浅黄色时,加入1 mL~2 mL淀粉指示剂,继续滴定至蓝色消失时即为终点。记录滴定所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的毫升数。在滴定过程中应避免阳光照射,滴定速度要适当快些,不要剧烈摇动。在滴定5.4.2.4.2试验溶液时,若室温高于20℃,应将碘量瓶置于冷水中滴定。同时做空白试验。

5.4.2.6 结果计算

聚丙烯酰胺中的残留丙烯酰胺含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$\omega_2 = \frac{(V_0/1\ 000 - V/1\ 000)cM/2}{m\omega_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——试样所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸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 ——丙烯酰胺的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=71.07$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

ω_1 ——试样固含量的质量分数,用%表示。

当用提取法制备试样溶液时,试样质量按式(7)计算:

$$m = \frac{m_0 V}{V_0} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m_0 ——5.4.2.4.2 称取的试料的质量的数值,单位为克(g);

V_0 ——加入的提取液总体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——移取的提取液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.4.2.7 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水溶液法制样时单个测定值与平均值不大于5%、提取法制样时单个测定值与平均值不大于10%。

5.5 溶解时间的测定

5.5.1 方法提要

随着试样的不断溶解,溶液的电导值不断增大。全部溶解后,电导值恒定。一定量的试样在一定量水中溶解时,电导值达到恒定所需时间,为试样的溶解时间。

5.5.2 仪器、设备

5.5.2.1 电导仪:测量范围 $0.01\ \mu\text{s} \sim 10^6\ \mu\text{s}$,配有记录仪,量程 4 mV。

5.5.2.2 恒温槽:温度可控制 $30\ ^\circ\text{C} \pm 1\ ^\circ\text{C}$ 。

5.5.2.3 电磁搅拌器:具有加热和控温装置,配有长度为 3 cm 的搅拌子。

5.5.3 分析步骤

将盛有 100 mL 水和搅拌子的 200 mL 烧杯放入电磁搅拌器上的恒温槽中。将电导仪的电极插入烧杯,与烧杯壁距离 5 mm~10 mm,与搅拌子距离约 5 mm。开动电磁搅拌,调节液面漩涡深度约 20 mm。打开加热装置,使恒温槽温度升至 $30\ ^\circ\text{C} \pm 1\ ^\circ\text{C}$,恒温 10 min~15 min。调节记录纸线速度,选择电导仪量程。

称取 $0.040\ \text{g} \pm 0.002\ \text{g}$ 试样,由漩涡上部加入至烧杯中。

当记录仪指示的电导值 3 min 内无变化时,停止试验。

5.5.4 分析结果的表述

从加入试样至电导值开始恒定的时间为溶解时间。

以 min 表示的溶解时间由记录仪的走纸长度换算。

5.5.5 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 5 min。

5.6 筛余物的测定

5.6.1 方法提要

将一定量的试样置于试验筛中,在振筛机上筛分一定时间,计算不同筛网的筛余物。

5.6.2 仪器、设备

5.6.2.1 试验筛:符合 GB/T 6003.1 的规定,规格为 $\Phi 200\ \text{mm} \times 50\ \text{mm}$,配有 1.00 mm 筛网的筛盘、

180 μm 筛网的筛盘以及筛盖、底盘。

5.6.2.2 振筛机:偏心频率每分钟约 350 次。

5.6.3 分析步骤

将已经称量的底盘、180 μm 筛网的筛盘、1.00 mm 筛网的筛盘由下至上依次安装好。

称取约 200 g 试样,精确至 1 g,置于最上层试验筛中,盖好筛盖,固定在振筛机上。启动振筛机筛分 20 min。

振筛结束,仔细地自上而下逐一分开筛堆,迅速称量载有筛留物的每个试验筛和载有筛出物的底盘(精确至 1 g)。

5.6.4 结果计算

5.6.4.1 1.00 mm 筛网筛余物以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m_2 ——1.00 mm 筛网的筛盘及物料质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——1.00 mm 筛网的筛盘质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.6.4.2 180 μm 筛网筛余物以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_4 = \frac{m_4 - m_3}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

m_4 ——180 μm 筛网的筛盘及物料的质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——180 μm 筛网的筛盘质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.6.5 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 1.00 mm 筛网筛余物不大于 0.5%;180 μm 筛网筛余物不大于 2%。

5.7 不溶物含量的测定

5.7.1 仪器、设备

一般实验室仪器和以下设备。

5.7.1.1 不锈钢网:孔径 0.11 mm(120 目),Φ100 mm×100 mm。

5.7.1.2 电磁搅拌器。

5.7.2 分析步骤

称取约 0.4 g 试样,精确至 0.2 mg,将其缓缓加入盛有 1 000 mL 水并已开动搅拌的 1 000 mL 烧杯中。保持旋涡深度约 4 cm,常温下溶解 6 h。用事先经丙酮洗涤二次并干燥恒量的不锈钢网过滤该溶液,过滤后,将不锈钢网连同不溶物在 120 °C±2 °C 下干燥至恒量。

5.7.3 结果计算

不溶物含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$w_5 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

m_2 ——不锈钢网加不溶物总质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——不锈钢网质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.7.4 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Ⅰ类不大于0.02%,Ⅱ类不大于0.2%。

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,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。

6.2 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。

6.3 聚丙烯酰胺产品每批不超过3 t。

6.4 按GB/T 6678规定确定采样单元数。

固体产品采样时,用采样器垂直插入至料层深度3/4处采样。将所采样品混匀,用四分法将所采样品缩分至不少于200 g,胶体产品采样总量不少于500 g。分别分装入两个清洁、干燥、带磨口塞的广口瓶中,密封。瓶上贴标签,注明:生产厂名、产品名称、类别、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。

6.5 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。

6.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国质量法》的规定办理。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 水处理剂聚丙烯酰胺的包装上应涂刷牢固的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、类别、商标、批号或生产日期、净质量、厂址以及GB/T 191规定的标志4“怕热”和标志7“怕湿”。

7.2 每批出厂的水处理剂聚丙烯酰胺应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、产品名称、类别、产品批号或生产日期、净质量、产品质量符合标准的证明及标准编号。

7.3 水处理剂聚丙烯酰胺采用双层包装。每袋(桶)净质量为25 kg、50 kg或根据用户要求确定。

7.4 运输时应使用有蓬的工具,严防雨淋、曝晒。贮存在阴凉、通风干燥的库房内。

7.5 水处理剂聚丙烯酰胺的贮存期为二年。



中华人民共和国国家标准

GB/T 20783—2006



2006-12-29 发布

2007-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准由中华人民共和国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位：天津化工研究设计院、山东山大华特科技股份有限公司环保分公司、上海未来企业有限公司、广州市番禺珠江化工研究所、重庆宏智化工有限公司、山东大千科技有限公司、韶关万佳消毒药业有限公司、张家口市绿洁环保化工有限公司、南京华源水处理工业设备厂。

本标准主要起草人：朱传俊、章艺、刘昕、邱新发、吴秀书、江延华、栾淑卿、宋红安、贺启环、范祥。

本标准自实施之日起，化工行业标准 HG/T 2777—1996《稳定性二氧化氯溶液》同时废止。

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

本标准为首次制定。

稳定性二氧化氯溶液

1 范围

本标准规定了稳定性二氧化氯溶液的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于稳定性二氧化氯溶液。该产品主要用于生活饮用水、工业用水、废水和污水处理。也可用于医疗卫生行业、公共环境、食品加工、畜牧与水产养殖、种植业等领域的杀菌、灭藻、消毒及保鲜。

分子式： ClO_2

相对分子质量：67.45(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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 602—2002, neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—2003 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(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

稳定性二氧化氯溶液 stable chlorine dioxide solution

运用稳定化技术将二氧化氯气体(ClO_2) (纯度 $>98\%$)稳定在无机稳定剂水溶液中,并且通过活化技术又能将 ClO_2 重新释放出来的水溶液。

4 产品分类

稳定性二氧化氯溶液按用途分为两类。

I类:生活饮用水及医疗卫生、公共环境、食品加工、畜牧与水产养殖、种植业等领域用。

II类:工业用水、废水和污水处理用。

5 要求

5.1 外观:无色或淡黄色透明液体。

5.2 稳定性二氧化氯溶液加速试验法(54℃恒温烘箱内 14 d),其二氧化氯含量的下降率 $\leq 10\%$ 。

5.3 稳定性二氧化氯溶液应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标	
	I 类	II 类
二氧化氯(ClO ₂)的质量分数/% ≥	2.0	2.0
密度(20℃)/(g/cm ³)	1.020~1.060	1.020~1.060
pH	8.2~9.2	8.2~9.2
砷(As)的质量分数/% ≤	0.000 1	0.000 3
铅(Pb)的质量分数/% ≤	0.000 5	0.002

6 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。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

6.1 二氧化氯含量的测定

6.1.1 方法提要

用丙二酸与其中的次氯酸根反应,消除其对二氧化氯含量测定的影响。稳定性二氧化氯溶液在酸性条件下释放出具有氧化性的二氧化氯。二氧化氯将 I⁻ 氧化成 I₂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定反应析出的碘。

6.1.2 试剂和材料

6.1.2.1 三级水(GB/T 6682)。

6.1.2.2 硫酸:1+1 溶液。

6.1.2.3 碘化钾。

6.1.2.4 丙二酸溶液:100 g/L。

6.1.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液:c(Na₂S₂O₃)约 0.1 mol/L。

6.1.2.6 可溶性淀粉溶液:5 g/L。

6.1.3 分析步骤

称取约 2 g 试样,称准至 0.2 mg。置于已预先加有 50 mL 水的 250 mL 碘量瓶中,加入 3 mL 丙二酸溶液,混匀,反应 3 min。加入 2 g 碘化钾、3 mL 硫酸溶液,混匀。于暗处放置 10 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。近终点时加 1 mL~2 mL 淀粉溶液,继续滴定至蓝色消失即为终点。

同时作空白试验。

6.1.4 分析结果的表述

二氧化氯(ClO₂)含量以质量分数 w₁ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)c M/5}{1\ 000m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液实际浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——二氧化氯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=67.45$)。

6.1.5 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0.02%。

6.2 密度的测定

6.2.1 仪器、设备

6.2.1.1 密度计:分度值为0.001 g/cm³。

6.2.1.2 恒温水浴:可控制温度在(20±0.1)℃。

6.2.1.3 温度计:分度值0.1℃。

6.2.1.4 量筒:250 mL。

6.2.2 测定步骤

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℃试样的密度。

6.3 pH值的测定

6.3.1 仪器、设备

一般实验室仪器和

6.3.1.1 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。

6.3.2 分析步骤

将试样溶液倒入烧杯,将电极浸入被测溶液中,在已定位的酸度计上测定试样的pH值。

6.4 砷含量的测定(砷斑法)

6.4.1 方法提要

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将As(V)还原为As(III),加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使As(III)进一步还原为砷化氢,砷化氢气体与溴化汞试纸作用时,产生棕黄色的汞砷化合物,可用于砷的目视比色法测定。

6.4.2 试剂和材料

6.4.2.1 盐酸。

6.4.2.2 碘化钾。

6.4.2.3 氯化亚锡:400 g/L溶液。

6.4.2.4 氢氧化钠:100 g/L溶液。

6.4.2.5 无砷锌粒。

6.4.2.6 乙酸铅棉花。

6.4.2.7 溴化汞试纸。

6.4.2.8 砷标准贮备液:1 mL含0.1 mgAs。

6.4.2.9 砷标准溶液:1 mL含0.001 mgAs。

移取10.00 mL砷标准贮备液置于100 mL容量瓶中,加1 mL盐酸,用水稀释至刻度,混匀。临用

时移取此溶液 10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

6.4.3.1 定砷器:同 GB/T 610.1—1988 中 5.2 规定。

6.4.4 分析步骤

称取 (1.00 ± 0.01) g 试样于 100 mL 烧杯中,加 2 mL 盐酸。置于电炉上煮沸至近干,取下冷却至室温,转移至定砷器的广口瓶中,在另一个定砷器的广口瓶中,加入 1.00 mL 或 3.00 mL 砷标准溶液。加入 6 mL 盐酸,加水稀释至约 70 mL,加 1 g 碘化钾及 0.2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 10 min。各加 2.5 g 无砷锌粒,立即按 GB/T 610.1 中图装好装置,于暗处在 $25^{\circ}\text{C} \sim 30^{\circ}\text{C}$ 下放置 1 h~1.5 h。比较溴化汞试纸的颜色,即可判定砷含量是否符合标准。

6.5 重金属(以 Pb 计)含量的测定

6.5.1 方法提要

铅离子与硫离子在乙酸介质中生成有色硫化铅沉淀,铅含量较低时,形成稳定的暗色悬浮液,可用于目视比色法测定。

6.5.2 试剂和材料

6.5.2.1 盐酸。

6.5.2.2 乙酸:1+2 溶液。

6.5.2.3 饱和硫化氢水。

6.5.2.4 铅标准贮备液:1 mL 含 0.1 mgPb。

6.5.2.5 铅标准溶液:1 mL 含 0.002 mgPb。

移取 10.00 mL 铅标准贮备液,置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.5.3 分析步骤

称取 (1.00 ± 0.01) g 试样于 100 mL 烧杯中,加 2 mL 盐酸。置于电炉上煮沸至近干,取下冷却至室温,转移到 50 mL 比色管中。移取 2.5 mL 或 10.00 mL 铅标准溶液置于另外的比色管中。加入 0.2 mL 乙酸溶液,加水稀释至约 25 mL,加入 10 mL 新制备的饱和硫化氢水,摇匀,放置 10 min。比较其所呈暗色即可判定铅含量是否符合标准。

7 检验规则

7.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目。

7.2 稳定性二氧化氯溶液每批产品不超过 10 t。

7.3 稳定性二氧化氯溶液应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、类别(I类、II类)、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

7.4 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。

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

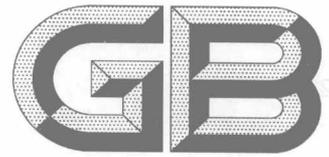
7.6 采样时先充分搅匀,用玻璃管或聚乙烯塑料管插入桶深的三分之二处采样,总量不少于 1 000 mL,充分混匀,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封,瓶上贴标签,注明:生产厂家、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存三个月备查。

7.7 按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。检验结果如有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样进行核验,核验结果有一指标不符合本标准的要求时,整批产品为不合格。

7.8 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。

8 标志、标签和包装

- 8.1 稳定性二氧化氯溶液的包装容器上应涂刷牢固的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、类别(I类、II类)、批号或生产日期、净含量、厂址以及 GB/T 191 规定的标志 3“向上”和标志 4“怕晒”。
 - 8.2 每批出厂的稳定性二氧化氯溶液都应附有质量合格证。
 - 8.3 稳定性二氧化氯溶液采用避光的聚乙烯或聚丙烯塑料桶包装,包装规格依用户需要确定。
 - 8.4 稳定性二氧化氯溶液不能与酸及有机物同贮共运。
 - 8.5 稳定性二氧化氯溶液的贮存期为 12 个月。
-



中华人民共和国国家标准

GB/T 22591—2008

水处理剂 双 1,6-亚己基三胺五亚甲基
磷酸

Water treatment chemicals—Bis-hexamethylene
ariamine penta-methylene phosphonic acid

2008-12-23 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位：河南清水源科技股份有限公司、山东省泰和水处理有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：王志清、汤长青、王忠英、杨文峰、李琳。

水处理剂 双 1,6-亚己基三胺五亚甲基磷酸

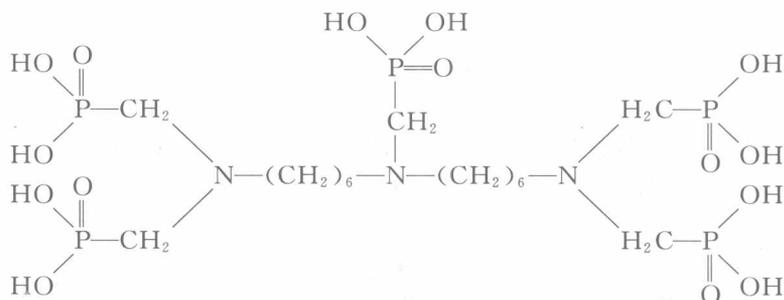
1 范围

本标准规定了水处理剂双 1,6-亚己基三胺五亚甲基磷酸(BHMTMPMA)的技术要求、试验方法、检测规则、标志、包装及安全要求。

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。

分子式: $C_{17}H_{44}N_3O_{15}P_5$

结构式:



相对分子质量: 685.0(按 2007 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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 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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 技术要求

3.1 外观:琥珀色液体。

3.2 水处理剂双 1,6-亚己基三胺五亚甲基磷酸质量指标应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标
活性组分(以 BHMTMPMA 计)含量/%	45.0~50.0
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量/%	≤ 3.5
氯化物(以 Cl^- 计)含量/%	≤ 6.0
pH (1%水溶液)	≤ 2.0
密度(20 °C)/(g/cm ³)	≥ 1.20
铁(以 Fe^{2+} 计)含量/(μg/g)	≤ 35

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 中三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

4.1 鉴别

4.1.1 方法提要

双 1,6-亚己基三胺五亚甲基磷酸含有 5 个磷原子,它在 ³¹P 谱中具有特定的化学位移,与其他含磷化合物、异构体中的磷原子出峰位置有所不同。其特征化学位移和积分面积百分数应符合表 2 要求,特征谱图参见附录 A 图 A.1。

表 2

化学位移 δ	归属	积分面积	积分面积百分数/%
~10	BHMTMPMA 上的磷原子	A_x	≥75
其他位移	试样中的杂质磷原子		

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 二氧六环。

4.1.2.2 重水。

4.1.2.3 磷酸。

4.1.3 仪器、设备

4.1.3.1 傅利叶变换核磁共振仪:频率 300 MHz 以上。

4.1.3.2 样品管:外径 10 mm,长度约 20 cm 管。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 直接用原液测定,重水锁场。在反门控去偶、脉冲间隔为 30 s,65%磷酸作基准(外标 $\delta_0=0$)条件下进行测定。FID 信号不加窗函数(LB=0)处理。当主峰(BHMTMPMA 峰)高度大至 30 cm 时,其基座(峰底宽)不应超过 1.5 个化学位移单位,否则重新匀场,改善谱峰的分辨率。对于主峰基座上的小杂峰,当其积分值小于主峰面积的 0.5%时,可以不去修正它们对主峰的影响,否则须从主峰积分值中扣除这些杂质峰的影响。

积分面积百分数 w_0 ,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_0 = \frac{A_x}{A_T} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A_x —— $\delta=10$ 主峰的积分面积;

A_T ——磷谱中全部峰的积分面积。

试样的谱图应与附录 A 图 A.1 吻合,积分面积百分数应 $\geq 75\%$ 。

4.2 活性组分含量的测定

4.2.1 方法提要

双 1,6-亚己基三胺五亚甲基磷酸中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活性物含量。

4.2.2 试剂和材料

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

4.2.3 仪器、设备

自动电位测定仪或 pH 计带记录仪。

4.2.4 分析步骤

称取约 1.50 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加水 80 mL。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。

4.2.5 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(2)计算:

$$w_1 = \frac{Vc(M/5)}{1\ 000\ m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——双 1,6-亚己基三胺五亚甲基磷酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=685.0$)。

4.2.6 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 0.3%。

4.3 亚磷酸含量的测定

4.3.1 方法提要

在 pH 为 7.0~7.5 的条件下,碘将亚磷酸根氧化成磷酸根,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 五硼酸铵($\text{NH}_4\text{B}_5\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$):饱和溶液(25℃)。

4.3.2.2 硫酸溶液:1+3。

4.3.2.3 氢氧化钠溶液:40 g/L。

4.3.2.4 碘标准溶液: $c(1/2\text{I}_2)$ 约 0.1 mol/L。

4.3.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L。

4.3.2.6 甲基红指示液:1 g/L 乙醇溶液。

4.3.2.7 淀粉指示液:10 g/L。

4.3.3 分析步骤

称取约 4 g 试样,精确至 0.2 mg,加水溶解。全部转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 25.00 mL 试液,置于 250 mL 碘量瓶中,加 2 滴甲基红指示液,用硫酸溶液将试液调至红色,再滴加氢氧化钠至溶液呈橙黄色,加入 12 mL 饱和五硼酸铵溶液,用移液管加入 25.00 mL 碘标准溶

液,立即盖好瓶塞,摇匀,室温下于暗处放置 10 min。加入 10 mL 硫酸溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,溶液呈浅黄色时,加入约 2 mL 淀粉指示液,滴定至溶液由蓝色突变为红色即为终点。同时做空白试验。

4.3.4 结果计算

亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0/1\,000 - V/1\,000)cM/2}{m \times 25/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定中试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠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 ——亚磷酸根的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔质量,(g/mol)($M=79.0$)。

4.3.5 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%。

4.4 氯化物的测定

4.4.1 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。

4.4.2 试剂和材料

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

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 自动电位滴定仪。

4.4.3.2 双液型饱和甘汞电极。

4.4.3.3 银电极或氯电极。

4.4.4 分析步骤

称取约 1.0 g 试样,精确至 0.2 mg。置于 250 mL 烧杯中,加水 100 mL,放入搅拌子。将盛有试样的烧杯置于电磁搅拌器上,搅拌,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。

4.4.5 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(4)计算:

$$w_3 = \frac{(V - V_0)cM}{1\,000 m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

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

4.4.6 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差值不大于 0.2%。

4.5 pH值的测定

4.5.1 仪器、设备

酸度计:精度为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。

4.5.2 分析步骤

称量 (1.00 ± 0.01) g试样,置于烧杯中,加适量的水,全部转移到100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。将试液倒入烧杯中,置于磁力搅拌器上,将电极浸入被测溶液中,开动搅拌,在已定位的酸度计上读出pH值。

4.6 密度的测定

4.6.1 原理

由密度计在被测溶液中达到平衡状态时所浸没的深度读出该液体的密度。

4.6.2 仪器、设备

4.6.2.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm^3 。

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

4.6.2.3 玻璃量筒:250 mL。

4.6.2.4 温度计: $0^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$,分度值为 0.1°C 。

4.6.3 分析步骤

将试样注入清洁、干燥的量筒中,不得有气泡,将量筒置于 20°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,密度计的上端露在外面的部分所沾液体不超过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°C 时试样的密度。

4.7 铁含量的测定

4.7.1 方法提要

试样中的铁常以三价铁的形式存在。用盐酸羟胺将三价铁离子还原成二价铁离子,在pH 4~6时,二价铁离子和邻菲罗啉形成一种红色的络合物,用分光光度计在最大吸收波长510 nm处,测定其吸光度。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.7.2.2 氨水溶液:1+1。

4.7.2.3 盐酸羟胺溶液:200 g/L。

4.7.2.4 邻菲罗啉溶液:15 g/L。

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

4.7.2.5 高纯铁($\geq 99.9\%$)。

4.7.2.6 铁标准贮备溶液:1 mL含有0.1 mg Fe。

称取0.1000 g高纯铁,精确到0.2 mg,置于150 mL烧杯中,加10 mL浓盐酸,缓慢加热直到完全溶解,冷却,全部转移到1000 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.7.2.7 铁标准溶液:1 mL含有0.01 mg Fe。

移取铁标准贮备溶液10.0 mL于100 mL容量瓶中并稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

4.7.3 仪器、设备

分光光度计:带有光程为3 cm的吸收池。

4.7.4 校准曲线的绘制

分别取0 mL(试剂空白溶液)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL铁标准溶液于

6 个 100 mL 烧杯中,各加水 40 mL,若有必要,用盐酸溶液借助 pH 计将溶液的 pH 值调至 1.5~2.0。分别加入 2mL 盐酸羟胺溶液,混合均匀,再依次加入 2 mL 邻菲罗啉溶液,混合均匀后,用氨水溶液借助 pH 计将溶液 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 100 mL 容量瓶中,并用水稀释至刻度,摇匀。

使用分光光度计,用 3 cm 吸收池,在 510 nm 波长处,以水为参比测定其吸光度。

从每个标准参比溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以铁含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.7.5 分析步骤

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.2 mg,全部转移到 150 mL 烧杯,稀释至约 40 mL 处。用盐酸溶液或氨水溶液借助 pH 计将其 pH 值调至 1.5~2.0,加入 2 mL 盐酸羟胺溶液,混合均匀。再加入 2 mL 邻菲罗啉溶液,混合均匀。用氨水溶液借助 pH 计将溶液的 pH 值调至 5.2~5.8。在可调电炉上加热至沸,取下冷却至室温,将冷却后的溶液转移到 100 mL 容量瓶中,并用水稀释至刻度,摇匀。同时做试剂空白试验。

使用分光光度计,用 3 cm 吸收池,在 510 nm 波长外,以水为参比测定其吸光度。

4.7.6 结果计算

铁(Fe)含量以 w_4 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^3}{m} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_0 ——从校准曲线上查出的空白试样中铁质量的数值,单位为毫克(mg);

m_1 ——从校准曲线上查出的试样中铁质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.7.7 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 $\mu\text{g/g}$ 。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标为出厂检验项目。需要时,生产厂应提供产品的³¹P核磁共振谱图。

5.2 每批产品不超过 40 t。

5.3 水处理剂双 1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸应由生产厂的质量监督部门进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

5.4 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

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 1 000 mL,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。

5.5 按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。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进行核验,核验结果有一项不符合本标准的要求时,整批产品为不合格。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 水处理剂双 1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸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、净含量、厂址及 GB/T 191 规定的标志“3”向上。

6.2 水处理剂双 1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净质量 25 kg 或依用户要求。

- 6.3 运输过程中不得重压和剧烈碰撞。
- 6.4 运输时要严防曝晒,贮存在通风干燥的库房里。
- 6.5 水处理剂双1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸的贮存期为12个月。

7 安全要求

双1,6-亚己基三胺五亚甲基膦酸对皮肤和眼睛有一定的腐蚀性和刺激性,操作人员进行作业时,应戴防护手套和防护眼镜,避免与皮肤直接接触。



附录 A
(资料性附录)

双 1,6-亚己基三胺五亚甲基磷酸³¹P 核磁共振谱图

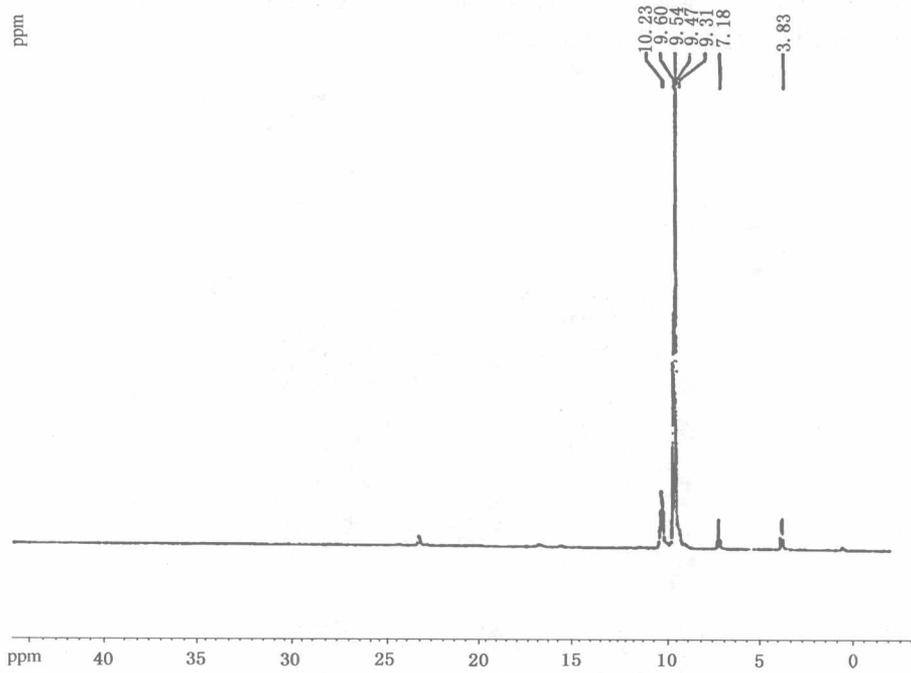


图 A.1 ³¹P 核磁共振谱图



中华人民共和国国家标准

GB/T 22627—2008

水处理剂 聚氯化铝

Water treatment chemical—Poly aluminium chloride

2008-12-23 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准对应于日本工业标准 JIS K 1475:2006《给水用 聚氯化铝》(日文版)和美国给水工程协会标准 ANSI/AWWA B 408:2003《液体 聚氯化铝》(英文版),与 JIS K 1475:2006、ANSI/AWWA B 408:2003 的一致性程度为非等效。

本标准与 JIS K 1475:2006 和 ANSI/AWWA B 408:2003 的主要差异为:

- 本标准包括液体聚氯化铝和固体聚氯化铝;
- 根据聚氯化铝技术进展和我国聚铝行业的生产工艺及原料来源调整了盐基度的技术指标;
- 有关重金属的指标和检验方法有变动;
- 删去了“氨态氮(N)的测定”。

本标准中附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:深圳中润水工业技术发展有限公司、焦作市爱尔福克有限公司、鞍钢附企给排水净水剂厂、同济大学、山东鲁净化工有限公司、巩义市宇清净水材料有限公司、河南新世纪净化材料有限公司、巩义市芝田净化剂厂、宁波市华光净水剂实业公司、重庆大学、东莞市东江水务有限公司樟村水质净化厂。

本标准参加起草单位:中海油天津化工研究设计院、山东祥生化学新材料有限公司、巩义市永兴生化材料有限公司。

本标准主要起草人:李润生、许志远、赵俊岩、李风亭、贾久顺、康奇峰、铁贵波、周秋涛、张德明、郑怀礼、廖克明。

水处理剂 聚氯化铝

1 范围

本标准规定了水处理剂聚氯化铝的要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存。
本标准适用于水处理剂聚氯化铝。该产品主要用于工业给水、废水和污水及污泥处理。

示性式： $Al_n(OH)_mCl_{(3n-m)}$ $0 < m < 3n$ 。

2 规范性引用文件

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 601—2002 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 602—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)
 GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)
 GB/T 610 化学试剂 砷测定通用方法(GB/T 610—2008, ISO 6353-1:1982, NEQ)
 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(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)
 GB/T 8946 塑料编织袋
 GB/T 22596 水处理剂 铁含量测定方法通则

3 技术要求

3.1 外观

液体：黄色至黄褐色液体。

固体：黄色至黄褐色颗粒或粉末。

3.2 水处理剂聚氯化铝指标应符合表 1 要求。

表 1

指标名称		指标	
		液体	固体
氧化铝(以 Al_2O_3 计)的质量分数/%	\geq	6.0	28.0
盐基度/%		30~95	
密度(20℃)/(g/cm ³)	\geq	1.10	—
不溶物的质量分数/%	\leq	0.5	1.5
pH 值(10 g/L 水溶液)		3.5~5.0	
铁(Fe)的质量分数/%	\leq	2.0	5.0
砷(As)的质量分数/%	\leq	0.000 5	0.001 5
铅(Pb)的质量分数/%	\leq	0.002	0.006

注：表中液体产品所列不溶物、铁、砷和铅的质量分数均指 Al_2O_3 10% 的产品含量，当 Al_2O_3 含量不等于 10% 时，应按实际含量折算成 Al_2O_3 10% 产品比例计算出相应的质量分数。

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 中三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

安全提示:本标准使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗。

4.1 氧化铝(以 Al_2O_3 计)含量的测定

4.1.1 氯化锌标准溶液滴定法(仲裁法)

4.1.1.1 方法提要

用硝酸将试样解聚,在 $\text{pH}=3$ 时加过量的乙二胺四乙酸二钠溶液使 EDTA 与铝离子络合,然后用氯化锌标准滴定溶液回滴过量 EDTA 溶液。

4.1.1.2 试剂和材料

4.1.1.2.1 硝酸溶液:1+12。

4.1.1.2.2 氨水溶液:1+1。

4.1.1.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.05 mol/L。

4.1.1.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH}=5.5$):称取乙酸钠(三水)272 g 溶于水中,加冰乙酸 19 mL,稀释至 1 000 mL。

4.1.1.2.5 氧化铝标准溶液:1 mL 含 0.001 g Al_2O_3 。

称取 0.529 3 g 高纯铝($\geq 99.99\%$),精确至 0.2 mg,置于 200 mL 聚乙烯杯中,加水 20 mL,加氢氧化钠约 3 g,使其全部溶解透明(必要时在水浴上加热),用盐酸溶液(1+1)调节至酸性后再加 10 mL,使其透明,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶,稀释至刻度,摇匀。

4.1.1.2.6 百里酚蓝溶液:1 g/L 乙醇溶液。

4.1.1.2.7 二甲酚橙指示液:5 g/L。

4.1.1.2.8 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)$ 约 0.025 mol/L。

4.1.1.2.8.1 配制

称取 3.5 g 氯化锌(ZnCl_2),溶于盐酸溶液[0.05% (体积分数)]中,稀释至 1 L,摇匀。

4.1.1.2.8.2 标定

移取 20.00 mL EDTA 溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 5.1.1.3 步骤进行操作,读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 V_0 (mL)。

移取 20.00 mL EDTA 溶液和 40 mL 氧化铝标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 5.1.1.3 步骤进行操作,读出氯化锌标准滴定溶液的消耗量 V_1 (mL)。

4.1.1.2.8.3 结果计算

氯化锌标准滴定溶液浓度 $c(\text{ZnCl}_2)$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(1)计算:

$$c(\text{ZnCl}_2) = \frac{V_1 c_1 \times 10^3}{M(V_0 - V)} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——氧化铝标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——氧化铝标准溶液的浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

V_0 ——空白消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——返滴定时消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=101.96$)。

4.1.1.3 分析步骤

称取约 13 g~14 g 液体试样或 2.5 g~3 g 固体试样,精确至 0.2 mg。用不含二氧化碳的水溶解,

移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。若稀释液浑浊,用中速滤纸干过滤,此为试液 A。

用移液管移取 10 mL 试液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加 10 mL 硝酸溶液,煮沸 1 min,冷却至室温后加 20.00 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液,加百里酚蓝溶液 3~4 滴,用氨水溶液中和至试液从红色到黄色,煮沸 2 min。冷却后加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 2 滴二甲酚橙指示液,加水 50 mL,用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由淡黄色变为微红色即为终点,同时做空白试验。

4.1.1.4 结果计算

氧化铝(Al_2O_3)含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0/1\,000 - V/1\,000)cM/2}{m \times 10/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——试样消耗氯化锌标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氯化锌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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=101.96$)。

4.1.1.5 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:液体产品不大于 0.1%;固体产品不大于 0.2%。

4.1.2 硫酸铜标准溶液滴定法

4.1.2.1 方法提要

在 pH4.3 时使 EDTA 与铝离子络合,以 PAN 为指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液回滴过量 EDTA 溶液。

4.1.2.2 试剂和材料

4.1.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.1.2.2.2 氨水溶液:1+1。

4.1.2.2.3 缓冲溶液(pH 值约 4.3):将 42.3 g 无水乙酸钠溶于水中,加 80 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 L,摇匀。

4.1.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.05 mol/L。

4.1.2.2.5 氧化铝标准溶液:1 mL 含 0.001 g Al_2O_3 。

同 4.1.1.2.5。

4.1.2.2.6 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示溶液:将 0.3 g PAN 溶于 100 mL 95%乙醇中。

4.1.2.2.7 硫酸铜标准滴定溶液: $c(\text{CuSO}_4)$ 约 0.025 mol/L。

4.1.2.2.7.1 配制

称取 6.3 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于水,加 2 滴硫酸溶液(1+1),用水稀释至 1 L,摇匀。

4.1.2.2.7.2 标定

移取 20.00 mL EDTA 溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 4.1.2.3 步骤进行操作,读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量 V_0 (mL)。

移取 20.00 mL EDTA 溶液和 20 mL 氧化铝标准溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,以下按 4.1.2.3 步骤进行操作,读出硫酸铜标准滴定溶液的消耗量 V (mL)。

4.1.2.2.7.3 结果计算

硫酸铜标准滴定溶液浓度 $c(\text{CuSO}_4)$,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(3)计算:

$$c(\text{CuSO}_4) = \frac{V_1 c_1 \times 10^3}{\frac{M}{2}(V_0 - V)} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- V_1 ——氧化铝标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_1 ——氧化铝标准溶液的浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL);
- V_0 ——空白消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——返滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=101.96$)。

4.1.2.3 分析步骤

移取 10 mL 试液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加盐酸溶液(1+1)2 mL,煮沸 1 min,加 20.00 mL EDTA溶液,加水至约 100 mL,加热至约 70 °C~80 °C,用氨水溶液(1+1)调节 pH 值至 3.5~4.0(用 0.5~5精密 pH 试纸检查),加 15.00 mL pH4.3 缓冲溶液,煮沸 2 min,加 4~5 滴 PAN 指示剂,稍冷(约 95 °C)以硫酸铜标准滴定溶液滴定至蓝紫色。同时做空白试验。

4.1.2.4 结果计算

氧化铝(Al_2O_3)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0/1\ 000 - V/1\ 000)cM}{m \times (10/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- V_0 ——空白消耗硫酸铜标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——试样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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);
- M ——氧化铝的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=101.96$)。

4.1.2.5 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:液体产品不大于 0.1%;固体产品不大于 0.2%。

4.2 盐基度的测定

4.2.1 方法提要

在试样中加入定量盐酸溶液,以氟化钾掩蔽铝离子,以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

4.2.2 试剂和材料

- 4.2.2.1 盐酸标准溶液: $c(HCl)$ 约 0.5 mol/L。
- 4.2.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(NaOH)$ 约 0.5 mol/L。
- 4.2.2.3 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。
- 4.2.2.4 氟化钾溶液:500 g/L。

称取 500 g 氟化钾,以 200 mL 不含二氧化碳的蒸馏水溶解后,稀释至 1 000 mL。加入 2 滴酚酞指示液并用氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节溶液呈微红色,滤去不溶物后贮于塑料瓶中。

4.2.3 分析步骤

移取 25.00 mL 试液 A,置于 250 mL 磨口瓶中,加 20.00 mL 盐酸标准溶液,接上磨口玻璃冷凝管,煮沸回流 2 min,冷却至室温。转移至聚乙烯杯中,加入 20 mL 氟化钾溶液,摇匀。加入 5 滴酚酞指示液,立即用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈现微红色即为终点。同时用不含二氧化碳的蒸馏水作空白试验。

4.2.4 结果计算

盐基度以 B 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$B = \frac{(V_0/1\ 000 - V/1\ 000)cM}{\frac{mw_1}{100} \times \frac{25}{250} \times \frac{0.529\ 3}{8.994}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——测定试样消耗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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

w_1 ——4.1.1测得的氧化铝的质量分数,%;

M ——氢氧根[OH⁻]的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=16.99$);

0.529 3——Al₂O₃折算成Al的系数;

8.994—— $[\frac{1}{3}\text{Al}]$ 的摩尔质量。

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2.0%。

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。

4.3.2 仪器、设备

4.3.2.1 密度计:分度值为0.001。

4.3.2.2 恒温水浴:可控温度(20±1)℃。

4.3.2.3 温度计:分度值为1℃。

4.3.2.4 量筒:250 mL或500 mL。

4.3.3 分析步骤

将液体聚氯化铝(铁)试样注入清洁、干燥的量筒内,不得有气泡。将量筒置于(20±1)℃的恒温水浴中。待温度恒定后,将密度计缓缓地放入试样中。待密度计在试样中稳定后,读出密度计弯月面下缘的刻度(标有弯月面上缘刻度的密度计除外),即为20℃时试样的密度。

4.4 不溶物含量的测定

4.4.1 试剂和材料

稀释用水(pH值为2~2.5)的配制:取1 L水,边搅拌边加入约22 mL 0.5 mol/L盐酸溶液,调节pH值至2~2.5(用酸度计测量)。

4.4.2 仪器、设备

4.4.2.1 电热恒温干燥箱:10℃~200℃。

4.4.2.2 布氏漏斗: $d=100$ mm。

4.4.3 分析步骤

称取约10 g液体试样或约3 g固体试样,精确至0.001 g。置于250 mL烧杯中,加入约150 mL稀释用水,充分搅拌,使试样溶解。然后,在布氏漏斗中,用恒量的中速定量滤纸抽滤。

用水洗至无Cl⁻时(用硝酸银溶液检验),将滤纸连同滤渣于100℃~105℃干燥至恒量。

4.4.4 结果计算

不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

m_2 ——滤纸和滤渣的质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——滤纸的质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.4.5 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,液体样品不大于0.03%,固体样品不大于0.1%。

4.5 pH值的测定

4.5.1 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。

4.5.2 分析步骤

4.5.2.1 试液的制备

称取1.0 g试样,精确至0.01 g,用水溶解后,移入100 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.5.2.2 测定

将试样溶液倒入烧杯中,置于磁力搅拌器上,将电极浸入被测溶液中,开动搅拌,在已定位的酸度计上读出pH值。

4.6 铁含量的测定

按GB/T 22596规定执行。

4.7 砷含量的测定

4.7.1 DDTC银法(仲裁法)

4.7.1.1 方法提要

在酸性介质中,将砷还原成砷化氢气体,用二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液吸收砷化氢气体,形成紫红色物质,在510 nm处测其吸光度。

4.7.1.2 试剂和材料

4.7.1.2.1 无砷锌粒。

4.7.1.2.2 三氯甲烷。

4.7.1.2.3 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶液:20 g/L。

4.7.1.2.4 碘化钾溶液:150 g/L。

4.7.1.2.5 氯化亚锡盐酸溶液。

将40 g氯化亚锡溶于100 mL盐酸中,保存时可加入几粒金属锡,贮于棕色瓶中。

4.7.1.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液。

称取1.0 g二乙基二硫代氨基甲酸银,研碎后,边研磨边加入100 mL三氯甲烷。然后加入18 mL三乙基胺,再用三氯甲烷稀释至1 000 mL,摇匀。静置过夜。用脱脂棉过滤,保存于棕色瓶中,置冰箱中保存。

4.7.1.2.7 砷标准贮备液:1.00 mL含0.1 mg As。

4.7.1.2.8 砷标准溶液:1.00 mL含0.001 mg As。

移取10.00 mL砷标准贮备液于100 mL容量瓶中,加1 mL盐酸溶液,用水稀释至刻度,混匀。临用时移取此溶液10.00 mL置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.7.1.2.9 乙酸铅脱脂棉。

4.7.1.3 仪器、设备

4.7.1.3.1 分光光度计。

4.7.1.3.2 定砷器:符合GB/T 610—2002中4.2.2.3的规定。

4.7.1.4 分析步骤

4.7.1.4.1 校准曲线的绘制

a) 在6个干燥的定砷瓶中,依次加入0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL

砷标准溶液,再依次加入 30 mL、29 mL、28 mL、27 mL、26 mL、25 mL 水使溶液总体积为 30 mL。

- b) 在各定砷瓶中加入 20 mL 氯化亚锡盐酸溶液、5 mL 碘化钾溶液和 1 mL 硫酸铜溶液,摇匀。此时溶液中的酸度 c (以 H^+ 计)应在 1.8 mol/L~2.6 mol/L 之间。于暗处放置 30 min~40 min,加 5 g 无砷锌粒于定砷器中,立即将塞有乙酸铅脱脂棉、盛有 5.0 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷溶液(吸收液)的吸收管装在定砷瓶上,反应 25 min~35 min(避免阳光直射。如果吸收液挥发太快,应注意补充三氯甲烷)。取下吸收管(勿使吸收液倒吸),用三氯甲烷将吸收液补充至 5.0 mL,混匀。
- c) 在波长 510 nm 处,用 1 cm 吸收池,以试剂空白为参比,测定吸光度。
- d) 以砷含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.7.1.4.2 测定

称取约 10 g 液体试样或 3.3 g 固体试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 蒸发皿中。加入 10 mL 硫酸溶液,在沸水浴上蒸至近干。冷却,以热水溶解(如有不溶物应过滤除去),再移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试液 B。

移取 10 mL 试液 B 于定砷瓶中,加入 20 mL 水。然后按校准曲线的绘制中的 b)、c)步骤操作,测定吸光度。

4.7.1.5 结果计算

砷的含量以质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$w_4 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{10}{100}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得的砷含量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.7.1.6 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 0.000 05%。

4.7.2 砷斑法

4.7.2.1 方法提要

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将 As(V)还原为 As(III),加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使 As(III)进一步还原为砷化氢,砷化氢气体与溴化汞试纸作用时,产生棕黄色的汞砷化合物,可用于砷的目视比色法测定。

4.7.2.2 试剂和材料

4.7.2.2.1 盐酸。

4.7.2.2.2 碘化钾。

4.7.2.2.3 硫酸溶液:1+1。

4.7.2.2.4 氯化亚锡溶液:400 g/L。

4.7.2.2.5 氢氧化钠溶液:100 g/L。

4.7.2.2.6 无砷锌粒。

4.7.2.2.7 乙酸铅棉花。

4.7.2.2.8 溴化汞试纸。

4.7.2.2.9 砷标准贮备液:1 mL 含 0.1 mg As。

4.7.2.2.10 砷标准溶液:1 mL 含 0.001 mg As。

4.7.2.3 仪器、设备

定砷器:同 GB/T 610 中 4.1.2.2 规定。

4.7.2.4 分析步骤

移取 10.00 mL 试液 B, 置于定砷器的广口瓶中, 在另一定砷器的广口瓶中, 准确加入 2.00 mL 砷标准溶液。分别稀释至 70 mL。加 6 mL 盐酸, 摇匀, 加 1 g 碘化钾和 0.2 mL 氯化亚锡溶液, 摇匀后放置 10 min。加 2.5 g 无砷锌粒, 立即按 GB/T 610 中图装好装置, 于暗处在 25 °C ~ 30 °C 放置 1 h ~ 1.5 h。比较溴化汞试纸的颜色, 即可判定。

4.8 铅含量的测定

4.8.1 方法提要

用电加热原子吸收光谱法, 在波长 283.3 nm 处测定吸光度。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 硝酸溶液: 1+1。

4.8.2.2 铅标准贮备液: 1 mL 含 0.1 mg Pb。

称取 0.100 g 铅(99.9%以上), 精确至 0.2 mg, 加 20 mL 硝酸溶液溶解, 加热驱除氮氧化物, 冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀。

4.8.2.3 铅标准溶液: 1 mL 含 0.001 mg Pb。

移取 10.00 mL 铅标准贮备液放入 1 000 mL 容量瓶中, 加 20 mL 硝酸溶液, 并用水稀释至刻度, 摇匀。

4.8.3 仪器、设备

4.8.3.1 微量进液装置: 装有按钮式 5 μ L ~ 500 μ L 微量液体流量计或自动进样器。

4.8.3.2 电加热原子吸收分析装置: 带电加热方式, 可进行反向接地补偿。

4.8.3.3 发热炉: 石墨或耐高温金属制。

4.8.3.4 铅空心阴极灯。

4.8.4 分析步骤

4.8.4.1 称取约 10 g 液体试样或 3.3 g 固体试样, 精确至 0.2 mg, 置于 250 mL 烧杯中, 加水 30 mL、硝酸溶液 10 mL, 盖上表面皿煮沸约 1 min, 冷至室温后转移至 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。此为试液 C。

4.8.4.2 分别移取 5.00 mL 试液 C, 置于四个 50 mL 容量瓶中, 并依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 铅标准溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。用微量进液装置将配好的试样注入发热炉, 经干燥、灰化、原子化后, 在 283.3 nm 处测其吸光度。以加入标准溶液的铅浓度为横坐标, 相应的吸光度为纵坐标, 绘制曲线, 将曲线反向延长与横坐标相交, 交点即为所测试样中铅的含量。

4.8.5 结果计算

铅的含量以质量分数 w_5 计, 数值以 % 表示, 按式(8)计算:

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times \frac{5}{1\,000}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m ——试样中铅的质量的数值, 单位为毫克(mg);

m_0 ——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, 平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 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 3 个月至少进行一次型式检验。其中密度、氧化铝、盐基度、不溶物、pH 等指标项目应逐批检验。若需判定每批聚氯乙烯的混凝性

能,参见附录 A。

5.2 水处理剂聚氯化铝应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都应符合本标准要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、产品名称、净质量、批号和生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

5.3 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。

5.4 每批产品液体应不超过 200 t,固体应不超过 60 t。

5.5 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

对于桶装液体产品,采样时应将采样器深入桶内,从上、中、下部位采样量不少于 100 mL。将所采样品混匀,从中取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的玻璃瓶中,密封。

对于袋装固体产品,采样时应将采样器垂直插入到袋深的四分之三处采样,每袋所采样品不少于 100 g。将所采样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。

对于用贮罐装运的液体产品,应用采样器从罐的上、中、下部位采样。每个部位采样量不少于 250 mL。将所采样品混匀,取出约 800 mL,分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。

在密封的样品瓶粘一标签,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 3 个月备查。

5.6 检验结果中如果有一项指标不符合本标准的要求时,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的要求时,整批产品为不合格。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 水处理剂聚氯化铝(固体)的外包装上应有涂刷牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、净质量、批号和生产日期、标准编号以及 GB/T 191 规定的“标志 7 怕湿”。

6.2 水处理剂聚氯化铝(固体)采用双层包装,内包装采用聚乙烯薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm,包装容积应大于外包装,外包装的性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。每袋净质量 25 kg、50 kg(或依顾客要求而定)。

6.3 水处理剂聚氯化铝(液体)采用聚乙烯塑料桶包装。用户需要时,水处理剂聚氯化铝(液体)也可用贮罐装运。

6.4 水处理剂聚氯化铝在运输过程中应有遮盖物,避免雨淋、受潮;并保持包装完整、标志清晰。

6.5 水处理剂聚氯化铝应贮存在通风干燥的库房内。液体产品保质期 6 个月,固体产品保质期 12 个月。

附 录 A
(资料性附录)
混凝性能的判定

A.1 方法提要

用自然原水(江河、湖泊、水库等地面水源水),用混凝沉淀试验搅拌机进行混凝沉淀试验,根据试验结果判断混凝性能。

A.2 仪器、设备

A.2.1 混凝沉淀试验搅拌机。

A.2.2 散射光浊度仪。

A.3 混凝沉淀试验

A.3.1 聚氯化铝(铁)稀释液的配置

称取聚氯化铝(铁)试样,放入 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,使稀释液 Al_2O_3 含量为 1.0 mg/mL~10 mg/mL。该液应在使用当天配制。

A.3.2 设置试验程序

混合	500 r/min~1 000 r/min	30 s~60 s
絮凝	20 r/min~200 r/min	10 min~30 min
沉淀		10 min~30 min

A.3.3 将原水注入 6 个完全相同的烧杯中,加至 1 000 mL 刻度处。将聚氯化铝(铁)稀释液用刻度吸管依大小顺序,依次放入加药试管中。

A.3.4 启动混凝沉淀试验搅拌机,试验参照程序 A.3.2 进行。沉淀时间到,取澄清水样,测定剩余浊度等水质指标。

A.3.5 试验期间,同时观测絮凝体形成时间、形状、大小和沉降状况,并作记录。

A.4 混凝沉淀效果的评价

根据混凝剂投加量、澄清水剩余浊度和其他水质指标以及观测状况,绘制曲线或作表,评价混凝沉淀效果。



中华人民共和国国家标准

GB/T 23849—2009

二 溴 海 因

1,3-Dibromo-5,5-dimethylhydantoin

2009-05-18 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:山东龙口科达化工有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:李延功、姜延益、李纯钢、朱传俊、邵宏谦。

二 溴 海 因

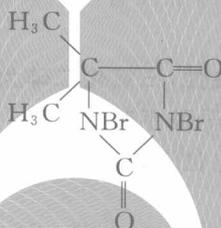
1 范围

本标准规定了二溴海因的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于由 5,5-二甲基海因经溴化而制得的二溴海因,主要用于工业循环水、泳池、景观喷泉、医院污水、医疗器具、水产养殖、食品加工、宾馆家庭卫生洁具的消毒杀菌灭藻,还可用于保鲜库、气调库杀菌保鲜、口岸检验检疫处理消毒杀菌及疫区的防疫消毒。在有机合成化学工业、制药业、橡胶工业上用作溴化剂。

分子式: $C_5H_6Br_2N_2O_2$

结构式:



相对分子质量: 285.94(按 2005 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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 190 危险货物包装标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- 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(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)
- GB/T 8946 塑料编织袋

3 技术要求

- 3.1 外观:白色、类白色结晶粉末。
- 3.2 二溴海因应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标	
	优等品	合格品
二溴海因(DBDMH)的质量分数/%	≥ 98.0	≥ 97.0
溴的质量分数(以 Br 计)/%	≥ 54.7	≥ 54.0

表 1 (续)

项 目		指 标	
		优等品	合格品
氯化物质量分数(以 Cl 计)/%	≤	0.08	—
溴化钠质量分数/%	≤	0.80	—
干燥失重(60 ℃, 2 h)/%	≤	0.50	0.50
色度, YID1925	≤	10	—
铁质量分数(以 Fe 计)/%	≤	0.004	—

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 中三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

安全提示:本标准使用的强酸具有腐蚀性,三氧化二砷为剧毒品,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤,操作时戴乳胶手套。

4.1 二溴海因含量和溴含量的测定——电位滴定法(仲裁法)

4.1.1 方法提要

试样在酸性条件下氧化碘化物,释放出的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行电位滴定。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 冰乙酸。

4.1.2.2 碘化钾溶液:100 g/L。

4.1.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.2 mol/L。

4.1.3 仪器、设备

自动电位滴定仪。

4.1.4 分析步骤

称取约 0.2 g 样品,称准至 0.2 mg,于 150 mL 烧杯中,加入约 60 mL 冰乙酸放至自动电位滴定仪上搅拌至样品溶解,然后加入 10 mL 水和 10 mL 碘化钾溶液,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至电位终点。同时做空白试验。

4.1.5 结果计算

4.1.5.1 二溴海因以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000 - V_0/1\,000)cM/4}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——二溴海因摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=285.94$)。

4.1.5.2 溴含量以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V/1\,000 - V_0/1\,000)cM_1/2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 c ——硫代硫酸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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);
 M_1 ——溴摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 79.90$)。

4.1.6 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0.05%。

4.2 二溴海因含量和溴含量的测定——容量法

4.2.1 方法提要

试样在酸性介质中与碘化钾反应,析出碘,以淀粉为指示液用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,计算二溴海因含量和溴含量。

4.2.2 试剂和材料

- 4.2.2.1 硫酸溶液:1+5。
 4.2.2.2 碘化钾溶液:100 g/L。
 4.2.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约0.1 mol/L。
 4.2.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

4.2.3 仪器、设备

磁力搅拌器。

4.2.4 分析步骤

称取约0.1 g样品,精确至0.2 mg,置于250 mL碘量瓶中。依次加入碘化钾溶液20 mL,硫酸溶液5 mL,用铝箔封口(或用水封),避光振摇(或用磁力搅拌器避光搅拌)约10 min,待试样全部溶解后用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。近终点时加1 mL淀粉指示液,继续滴定至兰色刚刚消失为终点,记录所用硫代硫酸钠标准滴定溶液体积 V 。同时做空白试验,记录所用硫代硫酸钠标准滴定溶液体积 V_0 。

4.2.5 结果计算

4.2.5.1 二溴海因以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000 - V_0/1\,000)cM/4}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 c ——硫代硫酸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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);
 M ——二溴海因摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M = 285.94$)。

4.2.5.2 溴含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{(V/1\,000 - V_0/1\,000)cM_1/2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 c ——硫代硫酸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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——溴摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 79.90$)。

4.2.6 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%。

4.3 氯化物含量的测定

4.3.1 方法提要

以玻璃电极为参比电极,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。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 冰乙酸。

4.3.2.2 硝酸溶液:1+1。

4.3.2.3 氢氧化钠溶液:60 g/L。

4.3.2.4 苛性亚砷酸钠溶液:称取6 g 三氧化二砷溶于100 mL 氢氧化钠溶液中。

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

4.3.3 仪器、设备

自动电位滴定仪。

4.3.4 分析步骤

称取约0.5 g 样品,精确至0.2 mg,置于150 mL 烧杯中,加入60 mL 去离子水。缓慢加入10 mL 苛性亚砷酸钠溶液和10 mL 冰乙酸并放至自动电位滴定仪上搅拌直至样品溶解。然后加入5 mL 硝酸溶液,用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定,直至出现第一突跃点和第二突跃点。

4.3.5 结果计算

氯化物以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{(V_2/1\,000 - V_1/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

V_2 ——第二突跃点消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——第一突跃点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的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

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

4.3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定的结果的绝对差值不大于0.005%。

4.4 溴化钠含量的测定

4.4.1 方法提要

试样与亚砷酸钠溶液反应,然后用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定,测出试样中的总溴含量,从总溴中减去电位滴定法测定的溴含量,计算出溴化钠的含量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 乙酸。

4.4.2.2 亚砷酸钠溶液:称取60 g NaOH 溶于1 000 mL 去离子水中,然后再加入60 g As_2O_3 使之溶解。

4.4.2.3 硝酸钡溶液:称取65 g $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 溶于1 000 mL 去离子水中。

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

4.4.2.5 溴甲酚绿指示液:1 g/L。

4.4.3 分析步骤

称取约 0.2 g 样品,精确至 0.2 mg,于 100 mL 烧杯中缓慢加入 10 mL 亚砷酸钠溶液并放至自动电位滴定仪上搅拌约 5 min,然后加 3~5 滴溴甲酚绿指示液,用乙酸酸化至溶液呈黄绿色(pH 约为 5),再加 10 mL 硝酸钡溶液。用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定。

4.4.4 结果计算

4.4.4.1 二溴海因中总溴含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

V ——试样消耗的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的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——溴摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=79.90$)。

4.4.4.2 溴化钠含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_5 = \frac{(w_4 - w_2)M_1}{M_2} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

w_4 ——二溴海因中总溴含量的质量分数;

w_2 ——二溴海因中溴含量质量分数;

M_1 ——溴化钠摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=102.9$);

M_2 ——溴摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=79.90$)。

4.4.5 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 0.02%。

4.5 干燥失重的测定

4.5.1 方法提要

试样在真空干燥箱(表压为 $-0.090\text{ MPa} \sim -0.095\text{ MPa}$)中(60 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒量时所失去的质量。

4.5.2 仪器、设备

4.5.2.1 真空干燥箱。

4.5.2.2 培养皿: $\phi 110\text{ mm}$ 。

4.5.3 实验步骤

将培养皿在真空干燥箱(表压为 $-0.090\text{ MPa} \sim -0.095\text{ MPa}$)中(60 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒量并称取质量为 m_0 ,在培养皿中加入试样约 15 g,称取质量为 m_1 (称准至 0.2 mg,粒料或片料要研成粉末),然后放在真空干燥箱中(60 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 下烘干 2 h,取出放在干燥器内冷却至室温,称取质量为 m_2 。

4.5.4 结果计算

干燥失重以质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m_1 ——干燥前培养皿与样品质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后培养皿与样品质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——培养皿质量的数值,单位为克(g)。

4.5.5 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0.02%。

4.6 色度的测定

4.6.1 方法提要

该方法是对被测样品直接进行光谱反射率数值的测定,得到被测样品的色度值。

4.6.2 仪器、设备

4.6.2.1 分光测色仪:应满足如下条件

仪器:45/0。

色标:CIE颜色范围。

照明:F11。

观察:2°。

指数:YID1925。

4.6.2.2 标准色度校正板

4.6.3 测定步骤

4.6.3.1 打开测色仪电源开关,拨动键盘选择菜单进行初始化设置。

4.6.3.2 对仪器依次进行零位校正、白板校正,校正完毕后再读取、确认仪器状态的符合性,进行测量参数设置,选择色空间。

4.6.3.3 放好样品,将测色仪的测量口放于样品上,按下测量按钮,灯闪,测量开始,稍等片刻,仪器显示屏上显示出所测样品的色度值。重复以上步骤即可进行第二次测定。

4.6.4 结果计算

以两次测量的色度值的平均值为最后结果。

4.7 铁含量的测定

4.7.1 原理

用盐酸羟胺将试样溶液中的 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} ,在pH为4.5的缓冲溶液体系中, Fe^{2+} 同1,10-菲罗啉生成橙红色络合物,用分光光度计测定吸光度。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 盐酸。

4.7.2.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH \approx 4.5。

4.7.2.3 亚砷酸钠溶液:60 g/L。

称取6 g三氧化二砷溶于100 mL 1.5 mol/L的氢氧化钠溶液中。

4.7.2.4 盐酸羟胺溶液:10 g/L

称取1 g盐酸羟胺,溶于水,用水稀释至100 mL。

4.7.2.5 铁标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

4.7.2.6 铁标准溶液:0.01 mg/mL

准确量取铁标准贮备溶液,用水稀释10倍。该溶液使用前配制。

4.7.2.7 1,10-菲罗啉溶液:2 g/L。

4.7.2.8 对硝基酚溶液:2.5 g/L。

4.7.3 仪器、设备

分光光度计:配有比色皿。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 校准曲线绘制

移取铁标准溶液0.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL分别置于6个100 mL容量

瓶中,向每个瓶中分别加入 5 mL 盐酸羟胺,10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 5 mL 1,10-菲罗啉指示液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 15 min。以不加铁标准溶液的空白溶液调零,在波长 510 nm 处,选用合适的比色皿,测定各溶液的吸光度。以铁含量为横坐标,与其对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.7.4.2 测定

称取约 1 g 样品,精确至 0.2 mg,置于 200 mL 烧杯中。然后依次加入 10 mL 水、20 mL 亚砷酸钠溶液,同时摇动烧杯使样品溶解,再放至电炉上加热煮沸 3 分钟,冷却后加 2~3 滴对硝基酚指示剂,用盐酸中和至黄色消失为止,再过量 1 mL 盐酸,使溶液 pH 约为 2,然后移入 100 mL 容量瓶中,依次加入 5 mL 盐酸羟胺、10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液及 5 mL 1,10-菲罗啉溶液,用水稀释至刻度、摇匀,静置 15 min。用适宜的比色皿在波长 510 nm 处,用空白溶液调零,测定溶液的吸光度。同时做空白试验。

4.7.5 结果计算

铁含量以质量分数 w_7 计,数值以 % 表示,按式(9)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m_1 ——由校准曲线查得的试样中铁的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.7.6 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 0.000 5%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目,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。

5.2 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。

5.3 二溴海因产品每批不超过 8 t。

5.4 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

采样时用采样器插入每袋所装产品高度约 3/4 处取出样品,置瓷盘内经仔细混合均匀后,以四分法缩取试样约 100 g,分装于两个清洁干燥的棕色磨口瓶内,瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名,一瓶作检验用,另一瓶密封保存 3 个月备查。

5.5 按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。

5.6 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。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 二溴海因的外包装上应涂刷牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、标准编号以及 GB 190 中规定的“腐蚀性物品”和“氧化剂”标志。

6.2 二溴海因采用双层包装,内包装采用聚乙烯薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm,包装容积应大于外包装;外包装采用聚丙烯塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。外包装也可采用纸板桶或塑料桶。每袋净质量 25 kg、50 kg(或依顾客要求而定)。

包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,外袋用缝包机缝口,缝线应整齐无漏缝。

6.3 二溴海因在运输过程中不得与其他货物混装,应有遮盖物,避免雨淋、受潮;并保持包装完整、标志清晰。

6.4 二溴海因应贮存在干燥、阴凉通风的仓库中,防潮、防曝晒、防止与明火接触。

6.5 二溴海因的贮存期为 18 个月。

7 安全要求

二溴海因对皮肤和眼睛有刺激作用和腐蚀作用,操作人员进行作业时,应戴橡胶耐酸碱手套和护眼镜、口罩,避免与皮肤直接接触。



中华人民共和国国家标准

GB/T 23854—2009



2009-05-18 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:山东龙口科达化工有限公司、盐城百瑞特精化有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:姜延益、杨金友、杨衍林、郭登元、朱传俊。

溴 氯 海 因

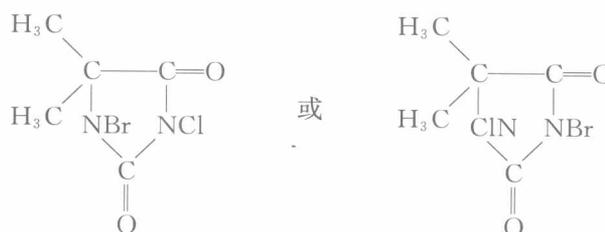
1 范围

本标准规定了溴氯海因的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于由 5,5-二甲基海因经卤代而制得的溴氯海因,主要用于工业循环水、泳池、景观喷泉、医院污水、医疗用具、油田注水、食品加工、宾馆家庭卫生洁具的消毒杀菌灭藻,还可用于保鲜库、气调库杀菌保鲜、水产养殖消毒杀菌、口岸检验检疫处理消毒杀菌及疫区的防疫消毒。

分子式: $C_5H_6BrClN_2O_2$

结构式:



相对分子质量: 241.5(按 2005 年国际相对原子质量)。

2 规范性引用文件

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 190 危险货物包装标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8946 塑料编织袋

3 技术要求

3.1 外观:白色、类白色结晶粉末。

3.2 溴氯海因应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标	
	优等品	合格品
溴氯海因的质量分数/%	≥ 98.0	96.0
溴的质量分数/%	31.0~35.0	31.0~35.0

表 1 (续)

项 目	指 标	
	优等品	合格品
氯的质量分数/%	13.0~17.0	13.0~17.0
干燥失重(60℃, 2 h)/%	≤ 0.50	0.80
色度, YID1925	≤ 7.0	—
三氯甲烷不溶物/%	≤ 0.50	—

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 中三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

安全提示:本标准使用的强酸具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

4.1 溴氯海因含量的测定

4.1.1 方法提要

试样在酸性介质中与碘化钾反应,析出碘,以淀粉为指示液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,计算溴氯海因含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 硫酸溶液:1+5。

4.1.2.2 碘化钾溶液:100 g/L。

4.1.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L。

4.1.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

4.1.3 分析步骤

称取约 0.15 g 试样,精确至 0.2 mg,置于碘量瓶中。依次加入 20 mL 碘化钾溶液,5 mL 硫酸溶液,用铝箔封口(或用水封),避光振摇(或用磁力搅拌器搅拌)10 min,待试样溶解后用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。近终点时加 1 mL 淀粉指示液,继续滴定至兰色刚好消失为终点,记录所用硫代硫酸钠标准滴定溶液体积 V 。同时做空白试验,记录所用硫代硫酸钠标准滴定溶液体积 V_0 。

4.1.4 结果计算

溴氯海因含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000 - V_0/1\,000)cM/4}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——溴氯海因摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=241.5$)。

4.1.5 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%。

4.2 氯含量、溴含量的测定

4.2.1 方法提要

试样溶解后,通过水浴加热赶走试样中的溴成分,然后加入过量的硝酸银标准溶液,使之与氯离子生成沉淀,过量的硝酸银溶液以硫酸铁铵作指示剂,用硫氰酸铵标准滴定溶液进行回滴。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 过氧化氢:30%。

4.2.2.2 硝基苯。

4.2.2.3 硝酸溶液:1+3。

4.2.2.4 氢氧化钠溶液:100 g/L。

4.2.2.5 硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约 0.1 mol/L。4.2.2.6 硫氰酸铵标准滴定溶液: $c(\text{NH}_4\text{SCN})$ 约 0.1 mol/L。

4.2.2.7 硫酸铁铵指示液:80 g/L。

4.2.3 仪器、设备

恒温水浴。

4.2.4 分析步骤

称取 0.3 g 试样,精确至 0.2 mg,置于锥形瓶中。依次加入 50 mL 水、5 mL 氢氧化钠溶液、3 mL 过氧化氢。试样溶解后,加入硝酸溶液 50 mL,在沸水浴上加热至溶液无色(大约 2 h)。用少量水洗涤瓶壁,继续加热 15 min,然后取出锥形瓶。待冷至室温后依次加入 100 mL 水、30.00 mL 硝酸银标准溶液、1 mL 硝基苯、1 mL 硫酸铁铵指示液,摇匀后用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定至溶液呈红色为终点,记录所用硫氰酸铵标准滴定溶液体积 V_N ,同时做空白试验,记录所用硫氰酸铵标准滴定溶液体积 V_0 。

4.2.5 结果计算

4.2.5.1 氯含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0/1\,000 - V_N/1\,000)c_N M}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

 V_0 ——空白试验所用硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL); V_N ——硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL); c_N ——硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L); m ——试料的质量的数值,单位为克(g); M ——氯摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。4.2.5.2 溴含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \left(\frac{w_1}{M_1} \times 2 - \frac{w_2}{M_2} \right) M \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

 w_1 ——溴氯海因的质量分数,%; w_2 ——氯的质量分数,%; M_1 ——溴氯海因的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=241.5$); M_2 ——氯摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=35.45$)。 M ——溴的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=79.90$)。

4.2.6 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%。

4.3 干燥失重的测定

4.3.1 方法提要

试样在真空干燥箱(表压为-0.090 MPa~-0.095 MPa)中(60±2)℃下干燥至恒量时所失去的质量。

4.3.2 仪器、设备

4.3.2.1 真空干燥箱。

4.3.2.2 培养皿:φ110 mm。

4.3.3 分析步骤

将培养皿在真空干燥箱(表压为-0.090 MPa~-0.095 MPa)中(60±2)℃下干燥至恒量并称取质量为 m_0 ,在培养皿中加入试样约 15 g,称取质量为 m_1 (称准至 0.2 mg,粒料或片料要研成粉末),然后放在真空干燥箱中(60±2)℃下烘干 2 h,取出放在干燥器内冷却至室温,称取质量为 m_2 。

4.3.4 结果计算

干燥失重以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——干燥前培养皿与样品质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后培养皿与样品质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——培养皿质量的数值,单位为克(g)。

4.3.5 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 0.02%。

4.4 色度的测定

4.4.1 方法提要

该方法是对被测样品直接进行光谱反射率数值的测定,得到被测样品的色度值。

4.4.2 仪器、设备

4.4.2.1 分光测色仪:应满足如下条件。

仪器:45/0。

色标:CIE 颜色范围。

照明:F11。

观察:2°。

指数:YID1925。

4.4.2.2 标准色度校正板。

4.4.3 测定步骤

4.4.3.1 打开测色仪电源开关,拨动键盘选择菜单进行初始化设置。

4.4.3.2 对仪器依次进行零位校正、白板校正,校正完毕后再读取、确认仪器状态的符合性,进行测量参数设置,选择色空间。

4.4.3.3 放好样品,将测色仪的测量口放于样品上,按下测量按钮,灯闪,测量开始,稍等片刻,仪器显示屏上显示出所测样品的色度值。重复以上步骤即可进行第二次测定。

4.4.4 分析结果的表述

以两次测量的色度值的平均值为最后结果。

4.5 三氯甲烷不溶物的测定

4.5.1 试剂和材料

三氯甲烷。

4.5.2 仪器、设备

4.5.2.1 G₄耐酸玻璃过滤器。

4.5.2.2 电磁加热搅拌器。

4.5.2.3 真空泵。

4.5.3 测定步骤

称取试样约4 g~5 g,精确至0.2 mg,置于250 mL碘量瓶中。加入150 mL三氯甲烷,放入磁珠在电磁加热搅拌器上搅拌加热至30℃~40℃,待试样完全溶解后(约5 min~10 min),用已恒量的G₄滤过漏斗进行抽滤,再用100 mL三氯甲烷分两次洗涤碘量瓶和磁珠,将洗涤液倒入G₄过滤器抽滤,然后再用50 mL三氯甲烷倒入G₄过滤器抽滤洗涤滤渣,最后将含有滤渣的G₄过滤器在105℃~110℃烘至恒量。

4.5.4 结果计算

三氯甲烷不溶物的含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2 - 1.478V \times 0.000\ 005}{m} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_1 ——G₄过滤器及滤渣的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——G₄过滤器的质量的数值,单位为克(g);

V ——所用三氯甲烷的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

1.478——三氯甲烷的密度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

0.000 005——每克三氯甲烷中蒸发残渣的质量的数值,单位为克(g)。

4.5.5 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0.02%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目,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。

5.2 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。

5.3 溴氯海因产品每批不超过8 t。

5.4 按GB/T 6678规定确定采样单元数。

采样时用采样器插入每袋所装产品高度约3/4处取出样品,置瓷盘内经仔细混合均匀后,用四分法缩取试样约100 g,分装于两个清洁干燥的棕色磨口瓶内,瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名,一瓶作检验用,另一瓶密封保存3个月备查。

5.5 按GB/T 1250中修约值比较法进行判定。

5.6 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。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 溴氯海因的外包装上应涂刷牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、标准编号以及GB 190中规定的“腐蚀性物品”和“氧化剂”标志。

6.2 溴氯海因采用双层包装,内包装采用聚乙烯薄膜袋,厚度不小于0.05 mm,包装容积应大于外包装;外包装采用聚丙烯塑料编织袋,其性能和检验方法应符合GB/T 8946的规定。外包装也可用纸板

桶或塑料桶。每袋净质量 25 kg、50 kg(或依顾客要求而定)。

包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,外袋用缝包机缝口,缝线应整齐无漏缝。

6.3 溴氯海因在运输过程中不得与其他货物混装,应有遮盖物,避免雨淋、受潮;并保持包装完整、标志清晰。

6.4 溴氯海因应贮存在干燥、阴凉通风的仓库中,防潮、防曝晒、防止与明火接触。

6.5 溴氯海因的贮存期为 18 个月。

7 安全要求

溴氯海因对皮肤和眼睛有刺激作用和腐蚀作用,操作人员进行作业时,应戴橡胶耐酸碱手套和防护眼镜、口罩,避免与皮肤直接接触。



中华人民共和国国家标准

GB/T 23856—2009



2009-05-18 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布



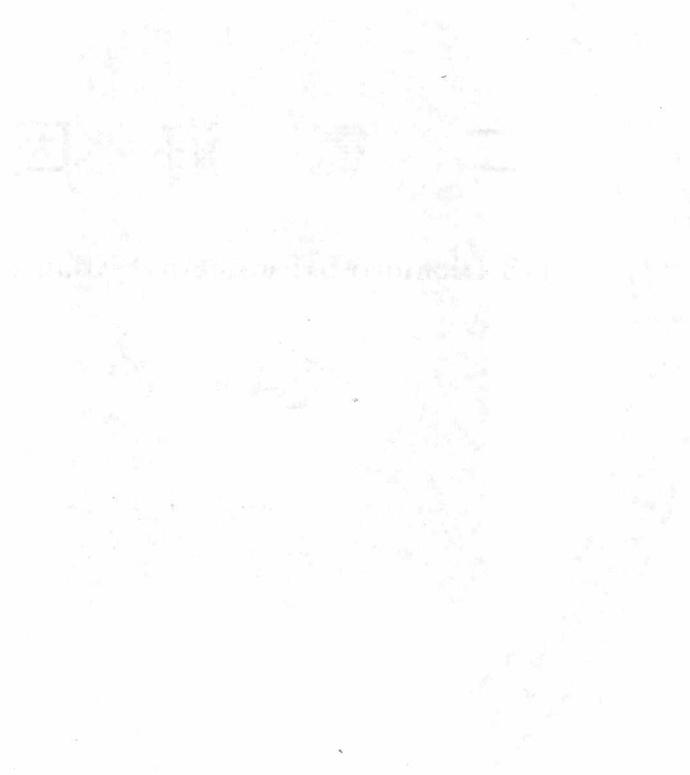
前言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位：山东龙口科达化工有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：杨金友、杨衍林、李纯钢、李琳、白莹。



二 氯 海 因

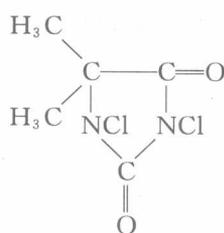
1 范围

本标准规定了二氯海因的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于由 5,5-二甲基海因经氯化而制得的二氯海因,主要用于工业循环水、泳池、生活污水、医院污水、医疗器具、水产养殖的消毒杀菌灭藻及在有机合成化学工业、制药业、橡胶工业上用作氯化剂。

分子式: $C_5H_6Cl_2N_2O_2$

结构式:



相对分子质量: 197.12(按 2005 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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 190 危险货物包装标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8946 塑料编织袋

3 技术要求

3.1 外观:白色结晶粉末。

3.2 二氯海因应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标	
	优等品	合格品
二氯海因的质量分数/%	≥ 98.0	≥ 96.0
氯的质量分数(以 Cl 计)/%	≥ 35.0	≥ 34.5

表 1 (续)

项 目		指 标	
		优等品	合格品
干燥失重(60 ℃, 2 h)/%	≤	0.80	0.80
色度, YID 1925	≤	5.0	—
三氯甲烷不溶物/%	≤	0.50	—

4 试验方法

本标准所用试剂和水, 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、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

安全提示: 本标准使用的强酸具有腐蚀性, 使用时应注意。溅到身上时, 用大量水冲洗, 避免吸入或接触皮肤。

4.1 二氯海因含量和氯含量的测定

4.1.1 原理

在酸性介质中, 二氯海因与过量的碘化钾溶液反应, 析出的碘, 以淀粉为指示剂, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至兰色消失为终点。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 碘化钾溶液: 100 g/L。

4.1.2.2 硫酸溶液: 1+5。

4.1.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L。

4.1.2.4 淀粉指示液: 10 g/L。

4.1.3 分析步骤

称取约 0.15 g 样品, 精确至 0.2 mg。置于 250 mL 碘量瓶中, 然后依次加入 30 mL 碘化钾溶液, 20 mL 硫酸溶液, 放入磁力搅拌棒, 迅速盖上瓶盖, 在磁力搅拌器上避光搅拌 5 min 使样品溶解, 然后打开瓶塞, 用水冲洗瓶盖及瓶壁, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液由棕红色变为淡黄色时, 加 2 mL 淀粉指示液, 继续滴定至溶液兰色消失为终点。同时做空白试验。

4.1.4 结果计算

4.1.4.1 二氯海因含量以质量分数 w_1 计, 数值以 % 表示, 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000 - V_0/1\,000)cM/4}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸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 ——试料的质量的数值, 单位为克(g);

M ——二氯海因摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M=197.12$)。

4.1.4.2 氯含量以质量分数 w_2 计, 数值以 % 表示, 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V/1\,000 - V_0/1\,000)cM_1/2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

- V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
 c ——硫代硫酸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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);
 M_1 ——氯摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 35.45$)。

4.1.5 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%。

4.2 干燥失重的测定

4.2.1 方法提要

试样在真空干燥箱(表压为 $-0.090\text{ MPa} \sim -0.095\text{ MPa}$)中(60 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒量时所失去的质量。

4.2.2 仪器、设备

4.2.2.1 真空干燥箱。

4.2.2.2 培养皿: $\phi 110\text{ mm}$ 。

4.2.3 分析步骤

将培养皿在真空干燥箱(表压为 $-0.090\text{ MPa} \sim -0.095\text{ MPa}$)中(60 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒量并称取质量为 m_0 ,在培养皿中加入试样约15 g,称取质量为 m_1 (称准至0.2 mg,粒料或片料要研成粉末),然后放在真空干燥箱(表压为 $-0.090\text{ MPa} \sim -0.095\text{ MPa}$)中(60 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 下烘干2 h,取出放在干燥器内冷却至室温,称取质量为 m_2 。

4.2.4 结果计算

干燥失重以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \quad (3)$$

式中:

- m_1 ——干燥前培养皿与样品质量的数值,单位为克(g);
 m_2 ——干燥后培养皿与样品质量的数值,单位为克(g);
 m_0 ——培养皿质量的数值,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0.02%。

4.3 色度的测定

4.3.1 方法提要

该方法是对被测样品直接进行光谱反射率数值的测定,得到被测样品的色度值。

4.3.2 仪器、设备

4.3.2.1 分光测色仪:应满足如下条件

仪器:45/0。

色标:CIE颜色范围。

照明:F11。

观察: 2° 。

指数:YID 1925。

4.3.2.2 标准色度校正板

4.3.3 测定步骤

4.3.3.1 打开测色仪电源开关,拨动键盘选择菜单进行初始化设置。

4.3.3.2 对仪器依次进行零位校正、白板校正,校正完毕后再读取、确认仪器状态的符合性,进行测量参数设置,选择色空间。

4.3.3.3 放好样品,将测色仪的测量口放于样品上,按下测量按钮,灯闪,测量开始,稍等片刻,仪器显示屏上显示出所测样品的色度值。重复以上步骤即可进行第二次测定。

4.3.4 结果计算

以两次测量的色度值的平均值为测定结果。

4.4 三氯甲烷不溶物的测定

4.4.1 试剂和材料

三氯甲烷。

4.4.2 仪器、设备

4.4.2.1 G₄耐酸玻璃滤过漏斗。

4.4.2.2 电磁加热搅拌器。

4.4.2.3 真空泵。

4.4.3 测定步骤

称取试样约 4 g~5 g,精确至 0.2 mg。置于 250 mL 碘量瓶中,加入 150 mL 三氯甲烷,放入磁珠在电磁加热搅拌器上搅拌加热至 30 °C~40 °C,待试样完全溶解后(约 5 min~10 min),用已恒量的 G₄ 滤过漏斗进行抽滤,再用 100 mL 三氯甲烷分两次洗涤碘量瓶和磁珠,将洗涤液倒入 G₄ 漏斗抽滤,然后再用 50 mL 三氯甲烷倒入 G₄ 漏斗抽滤洗涤滤渣,最后将含有滤渣的 G₄ 漏斗在 105 °C~110 °C 烘至恒量。

4.4.4 结果计算

三氯甲烷不溶物的含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2 - 1.478V \times 0.000\ 005}{m} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——G₄ 漏斗及滤渣的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——G₄ 漏斗的质量的数值,单位为克(g);

V——所用三氯甲烷的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

1.478——三氯甲烷的密度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

0.000 005——每克三氯甲烷中蒸发残渣的质量的数值,单位为克(g)。

4.4.5 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 0.02%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目,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。

5.2 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。

5.3 二氯海因产品每批不超过 5 t。

5.4 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

采样时采样器管插入每袋所装产品高度约 3/4 处取出样品,置瓷盘内经仔细混合均匀后,以四分法缩取试样约 100 g,分装于两个清洁干燥的棕色磨口瓶内,瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名,一瓶作检验用,另一瓶密封保存 3 个月备查。

5.5 按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。

5.6 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。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 二氯海因的外包装上应有涂刷牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、标准编号以及 GB 190 中规定的“腐蚀性物品”和“氧化剂”标志。

6.2 二氯海因采用双层包装,内包装采用聚乙烯薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm,包装容积应大于外包装;外包装采用聚丙烯塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。外包装也可采用纸板桶或塑料桶。每袋净质量 25 kg、50 kg(或依顾客要求而定)。

包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,外袋用缝包机缝口,缝线应整齐无漏缝。

6.3 二氯海因在运输过程中不得与其他货物混装,应有遮盖物,避免雨淋、受潮;并保持包装完整、标志清晰。

6.4 二氯海因应贮存在干燥、阴凉通风的仓库中,防潮、防曝晒、防止与明火接触。

6.5 二氯海因产品的贮存期为 24 个月。

7 安全要求

二氯海因对皮肤和眼睛有刺激作用和腐蚀作用,操作人员在作业时应戴橡胶耐酸碱手套和防护眼镜、口罩,避免与皮肤直接接触。

ICS 71.100.99
G 77
备案号: 15007—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2227—2004
代替 HG 2227—1991



2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准 I 类产品的技术指标为强制性的, II 类产品指标和其他条文为推荐性的。

本标准是非等效采用日本工业标准 JIS K 1450:1996《饮用水用 硫酸铝》,对强制性化工行业标准 HG 2227—1991《水处理剂 硫酸铝》修订而成。

本标准与 JIS K 1450:1996《饮用水用 硫酸铝》主要技术差异为:

- 本标准将硫酸铝产品分为饮用水和工业用水、污水用两类;
- 重金属的检验方法有变动。

本标准与 HG 2227—1991 相比主要技术差异为:

- 取消了原固体产品的分等、分级;
- 将硫酸铝产品分为 I 类、II 类;
- I 类产品增加了 Hg、Cr(VI)、Cd 指标。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 2227—1991。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、河南佰利联化学股份有限公司、昆明明珠化工有限责任公司、太仓市新星轻工助剂厂。

本标准主要起草人:朱传俊、杨民乐、邵宏谦、吴少峰、陶福棠、李琳、白莹。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

本标准于 1991 年首次发布。

水处理剂 硫酸铝

1 范围

本标准规定了水处理剂硫酸铝的技术要求、分类、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于水处理剂硫酸铝(固体、溶液)。该产品主要用于饮用水及工业用水、废水和污水处理,其中用于饮用水的原料硫酸应采用工业硫酸。

分子式: $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量[以 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 计]: 342.15(按 2000 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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—2000 包装储运图示标志

GB/T 601—2002 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

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

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 产品分类

水处理剂硫酸铝按用途分为两类:

I类:饮用水用。

II类:工业用水、废水和污水用。

4 技术要求

4.1 外观:固体产品为白色、淡绿色或淡黄色片状或块状。液体产品为无色透明至淡绿或淡黄色。

4.2 水处理剂硫酸铝应符合表 1 要求。

表 1

指 标 项 目	指 标				
	I 类		II 类		
	固体	液体	固体	液体	
氧化铝(Al_2O_3)的质量分数/%	\geq	15.6	7.8	15.6	7.8
pH 值(1%水溶液)	\geq	3.0	3.0	3.0	3.0
不溶物的质量分数/%	\leq	0.15	0.15	0.15	0.15
铁(Fe)的质量分数/%	\leq	0.50	0.25	0.50	0.25
铅(Pb)的质量分数/%	\leq	0.001	0.000 5	—	—
砷(As)的质量分数/%	\leq	0.000 4	0.000 2	—	—
汞(Hg)的质量分数/%	\leq	0.000 02	0.000 01	—	—
铬[Cr(VI)]的质量分数/%	\leq	0.001	0.000 5	—	—
镉(Cd)的质量分数/%	\leq	0.000 2	0.000 1	—	—

5 试验方法

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、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 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

5.1 氧化铝含量的测定

5.1.1 方法提要

试样中的铝与已知过量的乙二胺四乙酸二钠溶液反应,生成络合物。在 pH 值约为 6 时,用二甲酚橙为指示剂,以锌标准滴定溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠溶液。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.1.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.1.2.3 乙酸钠溶液:272 g/L。

5.1.2.4 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)=0.025\text{mol/L}$ 。

5.1.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液: $c(\text{EDTA})=0.05\text{mol/L}$ 。

5.1.2.6 二甲酚橙溶液:2 g/L。

5.1.3 分析步骤

5.1.3.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 固体试样或 10 g 液体试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水和 2 mL 盐酸溶液加热溶解并煮沸 5 min(必要时过滤),冷却后全部转移到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液为试液 A,供氧化铝和铁含量的测定。

5.1.3.2 空白试验溶液的制备

在 250 mL 烧杯中加入 100 mL 水和 2 mL 盐酸溶液,加热并煮沸 5 min。冷却后全部转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.1.3.3 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,用移液管加入 20 mL EDTA 溶液,煮沸

1 min。冷却后加入 5 mL 乙酸钠溶液和 2 滴二甲酚橙指示液。用氯化锌标准滴定溶液滴定至浅粉红色。

同时做空白试验。

5.1.4 结果的表述

氧化铝(Al_2O_3)含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V)cM}{1000 \times m \times 20/500} \times 100 - 0.9128w_2 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——滴定空白时消耗氯化锌标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定时消耗氯化锌标准滴定溶液体积的数值,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 ——氧化铝摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Al}_2\text{O}_3) = 50.98$];

0.9128——铁(Fe)换算成氧化铝(Al_2O_3)的系数;

w_2 ——5.2中测出的铁(Fe)的质量分数;

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.1.5 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 0.15%。

5.2 铁含量的测定

5.2.1 方法提要

用抗坏血酸将试样中的三价铁离子还原成二价铁离子,在 pH2~pH9 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(510 nm)处,用分光光度计测其吸光度。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.2.2.2 硫酸溶液:1+35。

5.2.2.3 盐酸溶液:1+1。

5.2.2.4 氨水溶液:1+3。

5.2.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH=4.5。

5.2.2.6 抗坏血酸溶液:20 g/L。

称取 10.0 g 抗坏血酸溶于约 200 mL 水中,加入 0.20 g 乙二胺四乙酸二钠及 8 mL 甲酸,用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,备用,保存期为 15 d。

5.2.2.7 邻菲罗啉溶液:2 g/L。

溶解 0.5 g 盐酸邻菲罗啉(一水合物)($\text{C}_{12}\text{H}_9\text{ClN}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)于水中并稀释至 100 mL。

或将 0.42 g 邻菲罗啉(一水合物)($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶于含有 2 滴盐酸的 100 mL 水中。

此溶液贮存在暗处,可稳定放置一周。

5.2.2.8 铁标准贮备溶液:1 mL 含有 0.1 mgFe。

5.2.2.9 铁标准溶液:1 mL 含有 0.01 mgFe。

移取 10 mL 铁标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,此溶液现用现配。

5.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

分光光度计:带有光程为 3 cm 的吸收池。

5.2.4 校准曲线的绘制

分别取 0.00(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液于六个 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,加 0.50 mL 硫酸溶液调 pH 接近 2,加 3.0 mL 抗坏血酸溶液,10.0 mL 乙

酸-乙酸钠缓冲溶液,5.0 mL 邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,用分光光度计于 510 nm 处,以试剂空白调零测其吸光度。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。

5.2.5 分析步骤

移取适量体积(如 2 mL)的试液 A 和对应体积的空白试验溶液,分别置于 100mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,用硫酸溶液或氨水溶液调 pH 接近 2,加 3.0 mL 抗坏血酸溶液,10.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,5.0 mL 邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,用分光光度计于 510 nm 处,以试剂空白调零测其吸光度。

5.2.6 结果的表述

铁(Fe)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{mV/500} \times 100 = \frac{50(m_1 - m_0)}{mV} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- m_1 ——根据测定的试验溶液的吸光度,从校准曲线上查出的铁质量的数值,单位为毫克(mg);
- m_0 ——根据测定的空白试验溶液的吸光度,从校准曲线上查出的铁质量的数值,单位为毫克(mg);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g);
- V ——移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.2.7 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 0.03%。

5.3 水不溶物含量的测定

5.3.1 方法提要

用水溶解试样,用坩埚式过滤器过滤,残渣干燥后称量。

5.3.2 试剂和材料

- 5.3.2.1 水,GB/T 6682,三级。
- 5.3.2.2 氯化钡($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)溶液:100 g/L。

5.3.3 仪器、设备

坩埚式过滤器:滤板孔径为 5 μ m~15 μ m。

5.3.4 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,加热溶解。趁热用已于 105℃~110℃干燥至质量恒定的坩埚式过滤器过滤,用热水洗涤至无硫酸根离子为止(用氯化钡溶液检验)。于 105℃~110℃下干燥至质量恒定。

5.3.5 结果的表述

水不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m_2 ——坩埚式过滤器连同水不溶物质量的数值,单位为克(g);
- m_1 ——坩埚式过滤器质量的数值,单位为克(g);
- 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 0.02%。

5.4 pH 值的测定

5.4.1 方法提要

试样溶于水,用配有玻璃测量电极和甘汞参比电极的酸度计测量试验溶液的 pH 值。

5.4.2 仪器、设备

酸度计:分度值 0.02 pH 单位,配有玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极或复合电极。

5.4.3 分析步骤

称取 (1.00 ± 0.01) g 试样,置于 100 mL 烧杯中,加约 50 mL 不含二氧化碳的水溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用不含二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。将试样溶液倒入烧杯中,在已定位的用酸度计上测其 pH 值。

5.4.4 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 0.02 pH 单位。

5.5 砷含量的测定

5.5.1 方法提要

在酸性介质中,金属锌将砷化物还原为砷化氢。砷化氢在溴化汞试纸上形成棕黄色砷斑,与标准砷斑进行比较。

5.5.2 试剂与材料

5.5.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.5.2.2 盐酸。

5.5.2.3 碘化钾。

5.5.2.4 无砷锌。

5.5.2.5 氯化亚锡溶液:400 g/L。

5.5.2.6 砷标准溶液:1 mL 含 0.001 mgAs。

按 GB/T 602 配制后,用移液管移取 1.0 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。限当日使用。

5.5.2.7 乙酸铅棉花。

5.5.2.8 溴化汞试纸。

5.5.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

定砷器:用 GB/T 610.1 中 5.2 规定。

5.5.4 分析步骤

称取 (5 ± 0.01) g 固体试样或 (10 ± 0.01) g 液体试样,溶解后,全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 20 mL 试验溶液,置于广口瓶中,加 5 mL 盐酸,1 g 碘化钾和 5 滴氯化亚锡溶液,摇匀后放置 10 min。加 2 g 无砷锌,立即将已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管装上并塞紧。在 25℃~30℃ 下于暗处放置 1 h。取出溴化汞试纸,其颜色不得深于标准溶液。

标准溶液:用移液管移取 4 mL 砷标准溶液,加水至 20 mL,与试验溶液同时同样处理。

5.6 铅含量的测定

5.6.1 方法提要

用电加热原子吸收光谱法,在波长 283.3 nm 处测定吸光度。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 水,GB/T 6682,三级。

5.6.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.6.2.3 铅标准贮备液:1 mL 含 0.1 mgPb。

称取 0.100 g 铅(质量分数为 99.9% 以上),精确至 0.000 2 g,加 20 mL 硝酸溶液溶解,加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

5.6.2.4 铅标准溶液:1.00 mL 含 0.01 mgPb。

移取 10.00 mL 铅标准贮备液于 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.3 仪器、设备

一般实验室仪器。

电加热原子吸收光谱仪。

铅空心阴极灯。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 称取约 10 g 液体试样或 5 g 固体试样,精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中,加水 30 mL、硝酸溶液 10 mL,盖上表面皿煮沸约 1 min,冷至室温后转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此为试液 B,供测 Pb、Cd 使用。

5.6.4.2 分别移取 5.00 mL 试液 B,置于四个 50 mL 容量瓶中,并依次加入 0.00、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铅标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用微量进液装置将配好的试样注入发热炉,经干燥、灰化、原子化后,在 283.3 nm 处测其吸光度。以加入标准溶液的铅浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为所测试样中铅的含量。

5.6.5 分析结果的表述

铅的含量以质量分数 w_4 计,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/1\ 000} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m ——试样中铅质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.6.6 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 0.000 2%。

5.7 汞含量的测定

5.7.1 方法提要

将试样中的无机汞和有机汞用高锰酸钾氧化成二价汞离子,过量的高锰酸钾用盐酸羟胺还原后,在硫酸酸性溶液中用双硫脲四氯化碳溶液来萃取。在萃取液中加盐酸进行反萃取。然后将水层调节为 pH4.8~pH5.5,再用双硫脲四氯化碳溶液萃取汞离子,过量的双硫脲用氨水洗净后,由分光光度法求出汞的含量。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 硫酸溶液:1+1。

5.7.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.7.2.3 硝酸。

5.7.2.4 乙酸溶液:1+2。

5.7.2.5 氨水溶液:1+2。

5.7.2.6 氨水溶液:1+3。

5.7.2.7 氨性洗液:取氨水 1 mL,加水稀释到 100 mL,加 EDTA 溶液 5 mL。

5.7.2.8 高锰酸钾。

5.7.2.9 盐酸羟胺溶液:200 g/L。

取盐酸羟胺 20 g,用水溶解成为 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.7.2.10 尿素溶液:200 g/L。

取尿素 20 g,用水溶解成为 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.7.2.11 乙二胺四乙酸二钠溶液:38 g/L。

取乙二胺四乙酸二钠(二水盐)3.8 g,用水溶解成为 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作。直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

5.7.2.12 精制四氯化碳:在四氯化碳中,加入约占其容量 5% 的硫酸摇混,静置后弃去硫酸层。重复操作到硫酸层已不带色为止。然后水洗,加块状氧化钙摇混,仍旧连带着块状氧化钙进行蒸馏,取 77℃ 的馏分。

5.7.2.13 双硫脲四氯化碳贮备溶液:0.1 g/L。

取双硫脲(二苯基硫卡巴脲)放入玛瑙研钵,研成细粉。取其 100 mg,加 1 L 精制四氯化碳,不时地搅拌,静置 24 h 以上使双硫脲完全溶解。

5.7.2.14 双硫脲四氯化碳浓溶液:0.05 g/L。

准确量取双硫脲四氯化碳贮备溶液 100.00 mL,注入 200 mL 容量瓶,加精制四氯化碳至刻度。

5.7.2.15 双硫脲四氯化碳溶液:0.005 g/L。

准确量取双硫脲四氯化碳浓溶液 50 mL,注入 500 mL 容量瓶中,加精制四氯化碳至刻度。

5.7.2.16 酚红的乙醇溶液:1 g/L。

取酚红 0.1 g,溶于 20 mL 95% 乙醇中,用水稀释成 100 mL。

5.7.2.17 汞标准贮备液:1 mL 溶液含有 0.1 mgHg。

5.7.2.18 汞标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mgHg。

准确移取汞标准贮备液 10.00 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。此溶液现用现配。

5.7.3 仪器、设备

5.7.3.1 分液漏斗:50 mL、100 mL、1 000 mL。

5.7.3.2 回流冷凝装置:1 000 mL 圆底磨口烧瓶,冷凝管长 30 cm 以上。

5.7.3.3 玻璃珠: $d=2\text{ mm}\sim 4\text{ mm}$ 。

5.7.3.4 分光光度计。

5.7.4 分析步骤

(1) 称取液体试样约 10 g,固体试样约 5 g,精确到 0.01 g,放入回流冷凝装置的烧瓶中,加水约 500 mL、硝酸 60 mL 和高锰酸钾 1 g,轻轻地摇匀,放入几粒玻璃珠后,装上回流冷凝管,缓缓加热,煮沸 1 h。

(2) 如果煮沸过程中高锰酸钾的颜色消失,可停止加热,待液温下降到约 40℃ 时加 1 g 高锰酸钾,继续加热煮沸。重复这项操作,直到高锰酸钾的颜色保持 10 min 以上不退色为止。

(3) 煮沸 1 h 后放冷到液温约 40℃,取下烧瓶,摇混着溶液,滴加盐酸羟胺溶液直到高锰酸钾颜色消失为止。加几滴酚红的乙醇溶液,边冷却边加氨水溶液,直到溶液颜色变红为止。

(4) 加硫酸溶液 30 mL,盐酸羟胺溶液 5 mL 和尿素溶液 5 mL 后,移入 1000 mL 分液漏斗。在其中加入双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL,剧烈振摇 2 min。静置后,将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗。

(5) 在水层中再加双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL,剧烈振摇 2 min。静置后将四氯化碳层合并到刚才分离出来的四氯化碳层中,弃去水层。

(6) 给四氯化碳层加水 20 mL,通过振摇 30 s 来洗涤四氯化碳层,静置后,将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗,弃去水层。

(7) 给四氯化碳层加盐酸溶液 10 mL,振摇 30 s 钟,静置后将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗,保留水层。

(8) 给四氯化碳层加盐酸溶液 5 mL, 振摇后静置, 弃去四氯化碳层, 水层则合并到前项保留的水层中。

(9) 水层用水稀释到约 50 mL, 加盐酸羟胺溶液 0.5 mL, 醋酸溶液 2 mL, EDTA 溶液 1 mL 和氨水溶液(1+2)10 mL。

(10) 使用溴甲酚绿 pH 试纸, 小心滴加氨水溶液(1+3)调节至 pH4.8~pH5.5, 准确加入双硫脲四氯化碳溶液 10 mL, 剧烈振摇 2 min。静置后, 将四氯化碳移入 50 mL 分液漏斗, 弃去水层。

(11) 给四氯化碳层加氨性洗液 10 mL, 剧烈振摇 30 s, 静置后只将水层用移液管或滴液管吸出。重复这项操作, 直到氨性洗液成为无色为止。

(12) 将四氯化碳注入 10 mm 吸收池, 测在波长 490 nm 处的吸光度。

(13) 标准曲线的绘制: 依次移取汞标准溶液 0.50 mL~3.0 mL, 放入 100 mL 分液漏斗, 加盐酸溶液 15 mL, 用水稀释至大约 50 mL。加盐酸羟胺溶液 0.5 mL, 醋酸溶液 2 mL, EDTA 溶液 1 mL 和氨水(1+2)10 mL。然后按照(10)~(12)同样操作, 找出汞的量与吸光度的关系, 绘制标准曲线。同时做空白试验。

5.7.5 结果的表述

汞含量以质量分数 w_5 计, 数值以 % 表示, 按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m ——从标准曲线查出的汞质量的数值, 单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值, 单位为克(g)。

5.7.6 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 0.000 005%。

5.8 铬[Cr(VI)]含量的测定

5.8.1 方法提要

用氨水将 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 生成氢氧化物或碱式盐, 沉淀弃去。用原子吸收光谱法测定铬。

5.8.2 试剂与材料

5.8.2.1 氨水溶液: 1+1。

5.8.2.2 甲基红指示剂: 1 g/L 乙醇溶液。

5.8.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

原子吸收分光光度计。

铬空心阴极灯。

铬标准溶液: 1 mL 溶液含有 0.1 mgCr。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 试样的制备

称取约 10 g 液体试样或 5 g 固体试样, 精确至 0.000 2 g, 置于 250 mL 烧杯中, 加水 50 mL 水溶解, 加入 2 滴甲基红指示剂, 在搅拌下用氨水溶液调节至溶液由红色变为黄色为止, 加热至微沸, 使沉淀凝聚。冷却后, 转移至 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。用快速定性滤纸干过滤, 滤液留作测定用。

5.8.4.2 校准曲线的绘制

移取 0.00、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此标准系列含铬量为 0.00、0.10 mg、0.20 mg、0.30 mg、0.40 mg, 在仪器的最佳工作条件下, 于波长 357.9 nm 处, 以空白调零, 测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标, 相对应的铬含量为横坐

标,绘制校准曲线。

5.8.4.3 试样的测定

按校准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测定其吸光度,从校准曲线中求得相应的铬含量。

5.8.5 分析结果的表述

铬含量以质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m ——从校准曲线查出的铬质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.8.6 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 0.000 1%。

5.9 镉含量的测定

5.9.1 方法提要

用原子吸收光谱法,在波长 228.8 nm 处以空气-乙炔火焰测定镉原子的吸光度,求出镉含量。

5.9.2 试剂和材料

5.9.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.9.2.2 镉标准贮备液:1 mL 含 0.1 mgCd。

称取 0.100 g 金属镉(99.9%以上),精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸溶液溶解,加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

5.9.2.3 镉标准溶液:1 mL 含 0.01 mgCd。

移取 10.00 mL 镉标准贮备液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.9.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

原子吸收光谱仪。

镉空心阴极灯。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 分别移取 0.00、0.50 mL、1.0 mL、1.50 mL 镉标准溶液于四个 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含镉量为 0.00、0.05 mg、0.10 mg、0.15 mg,在仪器最佳工作条件下,于 228.8 nm 波长处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的镉含量吸光度为横坐标,绘制校准曲线。

5.9.4.2 移取 5.00 mL 试液 B 于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。按校准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测其吸光度,从校准曲线中求得 Cd 含量。

5.9.5 分析结果的表述

镉含量以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/1\ 000} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m ——从校准曲线查出的镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.9.6 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 0.000 05%。

6 检验规则

- 6.1 本标准规定的全部指标为型式检验项目,在正常生产情况下,三个月至少进行一次型式检验。其中氧化铝、不溶物、pH、铁等项目应逐批检验。
- 6.2 每批产品不超过 150 t。
- 6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。固体产品采样时,先去掉包装袋上层约 30 cm 厚的料层,用采样工具从每袋中间抽取不少于 100 g 样品,将采出的样品迅速破碎至约 10 mm 以下,混匀,按四分法缩分至不少于 500 g;液体产品按 GB/T 6680 的规定采样,从贮槽、船舱、槽车的顶部进口插入液层的上、中、下三部分或从出料口分前、中、后三段采取 500 mL 以上样品,混合均匀。
- 6.4 水处理剂硫酸铝应由生产厂的质量检验部门按照本标准规定的试验方法和检验规则对产品质量进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。
- 6.5 每批出厂的产品都应附有质量说明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、类别、批号、生产日期、净含量、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。
- 6.6 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行质量检验,核实其质量是否符合本标准的要求。
- 6.7 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。如果检验结果中有一项不符合本标准要求时,应加倍抽取样品重新检验,核验结果有一项不符合本标准要求时,该批产品为不合格。
- 6.8 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。

7 标志、标签和包装

- 7.1 水处理剂硫酸铝的包装上应附有产品合格证书,其内容包括:产品名称、生产厂名称、指标、类别、批号、净含量、生产日期及本标准编号。
- 7.2 水处理剂硫酸铝包装袋上应有牢固清晰的标志,注明:生产厂名称、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、商标和本标准编号以及 GB 191 规定的“怕雨”标志。
- 7.3 水处理剂硫酸铝固体产品,采用内衬聚乙烯塑料袋的塑料编织袋或复合塑料编织袋包装,每袋净含量 50 kg 或以顾客要求而定。水处理剂硫酸铝液体产品用玻璃钢槽车或塑料桶(净含量为 25 kg、50 kg)包装。
- 7.4 水处理剂硫酸铝在运输过程中应防止雨淋、受潮,并避免有毒物品的污染。
- 7.5 水处理剂硫酸铝应贮存于阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮。

ICS 71.100.99
G 77
备案号:18167—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2228—2006
代替 HG/T 2228—1991



2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由 HG/T 2228—1991《水处理剂 多元醇磷酸酯》修订而成。

本标准与 HG/T 2228—1991 的差异为：

——取消了产品的分等分级；

——磷酸酯及无机磷酸的试验方法由滴定分析法改为电位分析法。

本标准自实施之日起，同时代替 HG/T 2228—1991。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准起草单位：南京化工学院常州市武进水质稳定剂厂、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：常春华、李琳、邵宏谦、白莹。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC63/SC5)负责解释。

本标准首次发布于 1991 年。

水处理剂 多元醇磷酸酯

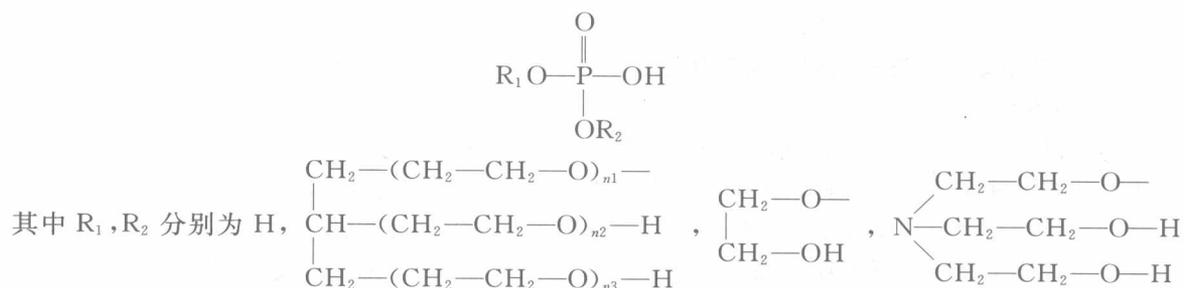
1 范围

本标准规定了多元醇磷酸酯产品的技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签和包装。

本标准适用于用甘油聚氧乙烯醚和五氧化二磷反应制得的不含氮的多元醇磷酸酯。也适用于用甘油聚氧乙烯醚、乙二醇、乙二醇乙醚及三乙醇胺和五氧化二磷反应制得的含氮的多元醇磷酸酯。

本产品主要作为阻垢剂和缓蚀剂,用于工业循环冷却水处理中。

结构式:



n_1, n_2, n_3 为 0, 1

2 规范性引用文件

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 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353/1:1982, NEQ)
- 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(neq ISO 3696:1987)

3 产品分类

本产品分:

- A类:为不含氮的多元醇磷酸酯;
- B类:为含氮的多元醇磷酸酯。

4 技术要求

4.1 外观

A类为棕色黏稠液体;B类为酱黑色黏稠液体。

4.2 多元醇磷酸酯应符合表 1 要求。

表 1

指 标 项 目	指 标	
	A 类	B 类
磷酸酯(以 PO_4^{3-} 计)含量/%	≥ 32.0	32.0
无机磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量/%	≤ 8.0	9.0
pH(10 g/L 水溶液)	1.5~2.5	

5 试验方法

本标准所用试剂和水,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。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

5.1 A 类产品中磷酸酯及无机磷酸含量的测定

5.1.1 方法提要

A 类产品中含有磷酸酯(内含单酯和双磷酸酯)和未参加反应的五氧化二磷(与水生成无机磷酸),可用中和法连续滴定。滴定过程中产生两个突跃点,用自动记录仪绘制滴定曲线。这两个突跃点即为第一化学计量点和第二化学计量点。然后加入氯化钙进行转换,继续滴定,至第三个突跃点即第三化学计量点。由各化学计量点所消耗的碱液量分别计算出磷酸酯(为单酯和双酯含量的和)和无机磷酸的含量。

为便于计算,各组分均以磷酸根(PO_4^{3-})计。

反应方程式:



式中: R_2HPO_4 , RH_2PO_4 分别为磷酸双酯和磷酸单酯。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.5 mol/L。

5.1.2.2 氯化钠饱和溶液。

5.1.2.3 无水氯化钙饱和溶液。

5.1.3 仪器和设备

自动电位测定仪或 pH 计带记录仪。

5.1.4 分析步骤

于称量瓶中称取约 2.5 g 试样,精确至 0.2 mg,用无二氧化碳的水溶解后,将试样完全转移到 250 mL 锥形瓶中,用水调节体积至 50 mL,加 10 mL 氯化钠饱和溶液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,同时记录仪绘制滴定曲线,在接近突跃点时放慢滴定,并开始记录滴定曲线上各个点。第一个突跃点所消耗的标准溶液体积为 V_1 ,第二个突跃点所消耗的体积为 V_2 (不包括 V_1)。

于上述溶液中加 5 mL 氯化钙饱和溶液,用氢氧化钠标准滴定溶液继续滴定,至记录仪绘制曲线出现第三个突跃点,即为第三化学计量点,所消耗的标准溶液体积为 V_3 (不包括 V_1 和 V_2)。

5.1.5 分析结果的表述

5.1.5.1 磷酸酯(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = w_2 + w_3 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

 w_2 ——磷酸单酯含量(以 PO_4^{3-} 计),%; w_3 ——磷酸双酯含量(以 PO_4^{3-} 计),%。磷酸单酯(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_2 - V_3)cM}{1\,000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

 V_2 ——第二化学计量点时,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_3 ——第三化学计量点时,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 ——试料的质量的数值,单位为克(g); M ——磷酸根(PO_4^{3-})的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=95.0$)。磷酸双酯(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V_1 - V_2)cM}{1\,000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

 V_1 ——第一化学计量点时,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 ——第二化学计量点时,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 ——试料的质量的数值,单位为克(g); M ——磷酸根(PO_4^{3-})的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=95.0$)。5.1.5.2 无机磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{V_3cM}{1\,000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

 V_3 ——第三化学计量点时,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 ——试料的质量的数值,单位为克(g); M ——磷酸根(PO_4^{3-})的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=95.0$)。

5.1.6 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:磷酸酯 0.30%;无机磷酸 0.30%。

5.2 B类产品中磷酸酯及无机磷酸含量的测定

5.2.1 方法提要

B类产品中含有有机磷酸酯(内含不含氮和含氮的磷酸酯)和未参加反应的五氧化二磷(与水生成无机磷酸)。除在第二个突跃点前需加入异丙醇改变体系的介质常数外,其他与A类产品中磷酸酯及无机磷酸含量的测定的方法提要相同。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 0.5 mol/L。

5.2.2.2 异丙醇。

5.2.2.3 中性异丙醇:于异丙醇中加入二滴酚酞指示剂,用 0.5 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液中和到溶液呈微红色并于 30 s 内不褪色。用时现配,贮于棕色瓶中。

5.2.2.4 其他试剂同 A 类产品中磷酸酯及无机磷酸含量的测定的试剂。

5.2.3 仪器、设备

自动电位测定仪或 pH 计带记录仪。

5.2.4 分析步骤

称取约 1.2 g 试样,精确至 0.2 mg,用无二氧化碳的水溶解后,将试样完全转移到 250 mL 锥形瓶中,用水调节体积至 50 mL 左右,加 10 mL 氯化钠饱和溶液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,同时记录仪绘制滴定曲线,在接近突跃点时放慢滴定,并开始记录曲线上各个点。至第一个突跃点后加入 20 mL 中性异丙醇,继续用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,直到出现第二个突跃点。第一个突跃点所消耗的标准溶液体积为 V_1 ,第二个突跃点所消耗的标准溶液体积为 V_2 (不包括 V_1)。

于上述溶液中加 5 mL 氯化钙溶液,用氢氧化钠标准滴定溶液继续滴定,至记录仪绘制曲线出现第三个突跃点,即为第三化学计量点,所消耗的标准溶液体积为 V_3 。

5.2.5 分析结果的表述

5.2.5.1 磷酸酯(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_5 = w_6 + w_7 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

w_6 ——不含氮的磷酸酯含量(以 PO_4^{3-} 计), %;

w_7 ——含氮的磷酸酯含量(以 PO_4^{3-} 计), %。

不含氮的磷酸酯(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量分数 w_6 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(V_1 - V_3)cM}{1\ 000m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

V_1 ——第一化学计量点时,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_3 ——第三化学计量点时,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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——磷酸根(PO_4^{3-})的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=95.0$)。

含氮的磷酸酯(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量分数 w_7 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{(V_2 - V_1)cM}{1\ 000m} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

V_1 ——第一化学计量点时,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 ——第二化学计量点时,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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——磷酸根(PO_4^{3-})的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=95.0$)。

5.2.5.2 无机磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量分数 w_8 计,数值以 % 表示,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{V_3 cM}{1\ 000m} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

V_3 ——第三化学计量点时,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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);
 M ——磷酸根(PO_4^{3-})的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=95.0$)。

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:磷酸酯 0.30%;无机磷酸 0.30%。

5.3 pH值的测定

5.3.1 仪器、设备

酸度计:分度值为 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。

5.3.2 分析步骤

称取(1.00 ± 0.01)g 试样于烧杯中,用水溶解后,加水稀释至 100 mL,搅拌均匀,将电极浸入被测试样中,在已定位的酸度计上测定试样的 pH 值。

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 每批产品应不超过 5 t。

6.3 多元醇磷酸酯应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的多元醇磷酸酯都符合本标准的要求。

6.4 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的多元醇磷酸酯产品进行验收。

6.5 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 1 000 mL,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。

6.6 按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。

6.7 检验结果如有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样进行核验,核验结果有一项指标不符合本标准的要求时,整批产品为不合格。

6.8 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

7 标志、标签和包装

7.1 水处理剂多元醇磷酸酯的包装桶上应涂刷牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、本标准编号、厂址及 GB 191 规定的标志 3“向上”。

7.2 每批出厂的水处理剂多元醇磷酸酯都应附有质量合格证。内容包括:生产厂名、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和本标准编号。

7.3 水处理剂多元醇磷酸酯采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净质量 25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净质量 200 kg。

7.4 运输过程中不得重压和剧烈碰撞。

7.5 运输时要严防曝晒,贮存在阴凉、干燥的库房里。

7.6 水处理剂多元醇磷酸酯的贮存期为十二个月。

8 安全要求

水处理剂多元醇磷酸酯对皮肤和眼睛有一定的腐蚀性和刺激性,操作人员在进行作业时应戴防护手套和眼镜,避免与皮肤直接接触。

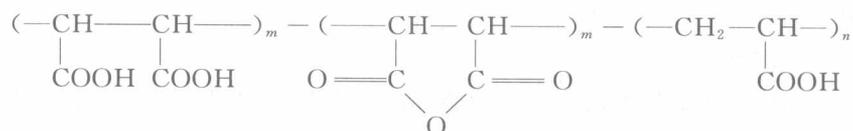
水处理剂 马来酸酐-丙烯酸共聚物

1 主题内容与适用范围

本标准规定了水处理剂马来酸酐-丙烯酸共聚物(以下简称“马-丙共聚物”)的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存和安全要求。

本标准适用于以甲苯或二甲苯为溶剂,过氧化二苯甲酰为引发剂,由百分之九十以上的马来酸酐中加入少量丙烯酸共聚后经水解制得的马-丙共聚物。该产品主要作为水处理中阻垢剂使用。

结构式:



2 引用标准

- GB 191 包装储运图示标志
 GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
 GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
 GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
 GB 6680 液体化工产品采样通则

3 技术要求

3.1 外观

浅棕黄色的透明液体。

3.2 马-丙共聚物技术指标

马-丙共聚物应符合表1要求。

表1

指标名称	指标		
	优等品	一等品	合格品
固体分含量, %	≥ 48.0	48.0	48.0
数均分子量	450~700	300~450	280~300
游离单体(以马来酸计)含量, %	≤ 9.0	13.0	15.0
pH值(1%水溶液)	2.0~3.0	2.0~3.0	2.0~3.0
密度(20℃), g/cm ³	1.18~1.22	1.18~1.22	1.18~1.22

4 试验方法

试验方法中,除特殊规定外,只应使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水;基准物应采用基准试剂。

试验中所需标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备。

4.1 固体分含量的测定

4.1.1 方法提要

试样在一定温度下,经减压薄膜蒸发,根据干燥前后的质量差测得固体分含量。

4.1.2 仪器、设备

4.1.2.1 旋转式薄膜蒸发器;

4.1.2.2 真空泵;

4.1.2.3 恒温干燥箱:温度可控制在 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.1.3 分析步骤

称取约 3 g 试样,精确至 0.000 2g。置于干燥称量过的 100 mL 磨口烧瓶中,在 $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴中进行减压(真空度不小于 1 333 Pa),旋转蒸发。待瓶内呈浅黄色疏松泡状固体时,则先移去水浴热源,继续减压旋转 1~2 min,停止旋转,解除真空,取下烧瓶于 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的马-丙共聚物固体分含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_0 ——烧瓶的质量, g;

m_1 ——烧瓶的质量与试样的质量, g;

m_2 ——烧瓶的质量与恒重后试样的质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

4.1.5 允许差

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 0.6%;不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.8%。

4.2 马-丙共聚物分子量的测定 气相渗透法

4.2.1 方法提要

在一恒温,密闭的容器中充有丙酮的饱和蒸气,这时置一滴马-丙共聚物的丙酮溶液和一滴纯丙酮悬在饱和蒸气中,丙酮在溶液中的饱和蒸气压低于纯丙酮的饱和蒸气压,于是就会有丙酮分子从饱和蒸气相凝聚在溶液滴表面上,并放出凝聚热,使得溶液滴的温度升高。产生温差,检测,放大后,由检流计示出,计算求得马-丙共聚物的分子量。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 丙酮(GB 686);

4.2.2.2 联苯甲酰(化学纯)。

4.2.3 仪器、设备

4.2.3.1 气相渗透仪;

4.2.3.2 容量瓶:10 mL;

4.2.3.3 注射器:1 mL。

4.2.4 样品

4.2.4.1 C 溶液的配制

在已知质量的 10 mL 容量瓶内称取约 0.02 g(精确至 0.000 2 g)固体试样(4.1),加入约 10 mL 丙酮(4.2.2.1),盖紧瓶塞摇匀,计算出 C 溶液的浓度(以 mg/g 表示)。

4.2.4.2 2/3C 溶液的配制

吸取 2 mL C 溶液(4.2.4.1)和 1 mL 丙酮(4.2.2.1)于 10 mL 的容量瓶中盖紧瓶塞摇匀。

4.2.4.3 1/2C 溶液的配制

吸取 2 mL C 溶液(4.2.4.1)和 2 mL 丙酮(4.2.2.1)于 10 mL 的容量瓶中盖紧瓶塞摇匀。

4.2.4.4 1/3C 溶液的配制

吸取 1 mL C 溶液(4.2.4.1)和 2 mL 丙酮(4.2.2.1)于 10 mL 容量瓶中盖紧瓶塞摇匀。

4.2.5 分析步骤

4.2.5.1 仪器调试

将仪器汽化室打开,放入滤纸,充入 30 mL 的丙酮(4.2.2.1), R_g 调为 5008,温度选择开关扳向 35 °C,开启仪器升温,待检流计读数不变,即仪器达到稳定。

4.2.5.2 空白值(G_0)的测定

将丙酮(4.2.2.1)吸入两只注射器内,分别插入两个滴样孔中,把检流计“G”工作键扳向滴样位置。第一次从滴样孔各注入 0.1~0.15 mL 丙酮(4.2.2.1),按下秒表,2 min 后把检流计扳向工作位置,稳定 2 min 后读数。然后把检流计扳向滴样位置。第二次从滴样孔各注入 0.01~0.02 mL 丙酮(4.2.2.1)。按下秒表,2 min 后把检流计扳向工作位置,稳定 2 min 后读数。按照第二次滴样方法重复 3~4 次,每次读数的差值不超过一格,取其算术平均值即为丙酮的空白值(G_0)。

4.2.5.3 试样溶液的测定

将右侧一只注射器取下,换上 1/3C 溶液(4.2.4.4)插在右侧的滴样孔中,把检流计扳向滴样位置。第一次滴样从左测注入 0.01~0.02 mL 丙酮(4.2.2.1)。从右侧注入 0.15 mL 溶液(4.2.4.4),按下秒表,2 min 后把检流计扳向工作位置,稳定 2 min 后读数。然后把检流计扳向滴样位置。第二次从左侧滴样孔注入 0.01~0.02 mL 丙酮(4.2.2.1)。右侧滴样孔注入 0.01~0.02 mL 溶液(4.2.4.4)。按下秒表,2 min 后把检流计扳向工作位置,稳定 2 min 后读数。按照第二次滴样方法重复 3~4 次,每次读数的差值不超过一格。取其算术平均值即为 1/3C 溶液(4.2.4.4)的检流计读数 G_i 。

依次按上述步骤测定 1/2C、2/3C、C 的检流计读数 G_i 。

4.2.5.4 仪器常数 K 值的标定

按上述测定步骤,除称量用称取约 0.02 g 联苯甲酰(4.2.2.2)外,用相同的溶剂,在相同的条件下,测定仪器常数 K 值。

4.2.6 分析结果的表述

4.2.6.1 马-丙共聚物的分子量 X_2 ,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{K}{(\Delta G_i / C_i)_{C_i \rightarrow 0}} \dots\dots\dots (2)$$

式中: K ——仪器常数;

$(\Delta G_i / C_i)_{C_i \rightarrow 0}$ ——理论上为,滴入的试样溶液浓度 $C_i \rightarrow 0$ 时,检流计输出信号与滴入的纯溶剂时,检流计输出信号之差 ΔG_i 和 C_i 的比值。

所得结果应表示至一位小数。

4.2.6.2 滴入试样溶液与滴入丙酮溶剂,检流计输出信号之差 ΔG_i 和相应的试样溶液浓度 C_i 之比即 $\Delta G_i / C_i$ 按式(3)计算:

$$\frac{\Delta G_i}{C_i} = \frac{G_i - G_0}{C_i} \dots\dots\dots (3)$$

式中: G_i ——滴入浓度为 C_i 的试样溶液时检流计的读数,格;

G_0 ——滴入丙酮时检流计的读数,格;

C_i ——试样溶液的浓度,mg/g。

以 C_i 为横坐标, $\Delta G_i / C_i$ 为纵坐标作图,得一直线将其外推至 $C_i \rightarrow 0$,所得截距即为 $(\Delta G_i / C_i)_{C_i \rightarrow 0}$ 的值。

4.2.6.3 仪器常数 K 值,按式(4)计算:

$$K = \left(\frac{G_i' - G_0'}{G_i'} \right)_{C_i' \rightarrow 0} \cdot M = \left(\frac{\Delta G_i'}{C_i'} \right)_{C_i' \rightarrow 0} \cdot M \dots \dots \dots (4)$$

式中： G_i' ——滴入浓度为 C_i' 的标样(联苯甲酰)溶液时检流计的读数，格；

G_0' ——滴入丙酮时检流计的读数，格；

C_i' ——标样(联苯甲酰)溶液的浓度，mg/g；

M ——标样(联苯甲酰)的分子量。

以 C_i' 为横坐标， $\Delta C_i'/C_i'$ 为纵坐标作图，得一直线将其外推至 $C_i' \rightarrow 0$ ，所得截距即为 $(\Delta G'/C_i')_{C_i' \rightarrow 0}$ 的值。

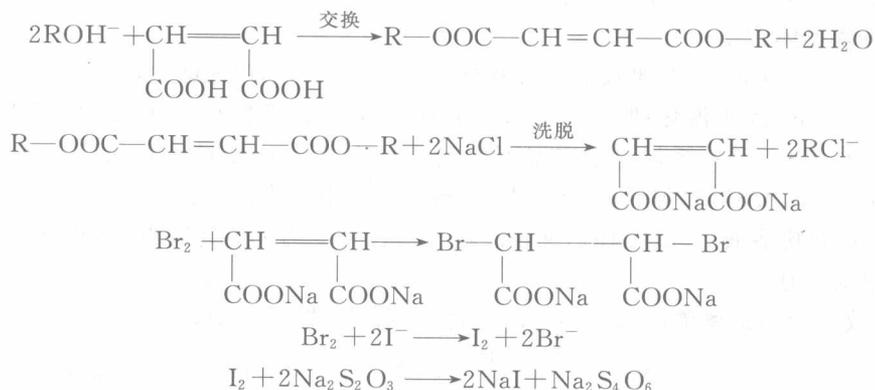
4.2.7 允许差

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 20，不同实验室测定结果的绝对差值不大于 30。

4.3 游离单体含量的测定

4.3.1 方法提要

将试样经强碱性阴离子交换树脂柱，以除去非极性苯环类等杂质。然后用氯化钠溶液淋洗后，用溴量法测定洗脱液中双键含量。其中主要反应过程示意如下：



4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 717 型强碱性阴离子交换树脂；

4.3.2.2 氢氧化钠(GB 629)溶液：80 g/L；

4.3.2.3 氯化钠(GB 1266)溶液：116 g/L；

4.3.2.4 酚酞(GB 3039)指示剂：10 g/L 乙醇溶液；

4.3.2.5 硫酸(GB 625)溶液：1+9 溶液；

4.3.2.6 溴酸钾-溴化钾溶液：溶解溴酸钾(GB 650)5.5 g 及溴化钾(GB 649)20.0 g 于水中，加水稀释至 1 000 mL；

4.3.2.7 硫酸汞溶液：称量硫酸汞 15 g 溶于 14 mL 浓硫酸(GB 625)和 475 mL 水溶液中；

4.3.2.8 碘化钾(GB 1272)溶液：100 g/L 溶液；

4.3.2.9 硫代硫酸钠(GB 637)标准溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ ；

4.3.2.10 淀粉水溶液：5 g/L。

4.3.3 仪器、设备

4.3.3.1 离子交换柱：内径 $10 \pm 1 \text{ mm}$ 、高度 250~300 mm；

4.3.3.2 酸式滴定管：5 mL。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 试样溶液的制备

称取约 1 g 液体试样，精确至 0.000 2 g。用水转入 250 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

4.3.4.2 试样溶液的预处理

a 阴离子交换柱的制备

取适量树脂(4.3.2.1)用水浸泡 24 h 以上,然后用水漂洗干净装入离子交换柱(4.3.3.1)中,树脂层高度约 200 mm,防止有气泡进入。用 100~120 mL 氢氧化钠溶液(4.3.2.2)以 5~6 mL/min 的流速通过交换柱。再用水淋洗至流出液 pH 8~9。

b 交换

用移液管吸取 25 mL 溶液(4.3.4.1)以 2~3 mL/min 的流速通过交换柱(a)。

c 洗涤

用 120~150 mL 水以 5~6 mL/min 的流速,淋洗交换柱,弃去流出液。

d 洗脱

用约 150 mL 氯化钠(4.3.2.3)以 5~6 mL/min 的流速,淋洗交换柱,流出液收集于 500 mL 碘量瓶中。待测。

e 阴离子交换柱的再生

用约 200 mL 水以最大流速通过交换柱。然后用 100~120 mL 氢氧化钠(4.3.2.2)以 5~6 mL/min 的流速淋洗交换柱,再用水淋洗至流出液 pH 8~9,备用。

4.3.4.3 测定游离单体含量

于待测液(4.3.4.2 中的 d)内加入 1 滴酚酞指示剂(4.3.2.4),用硫酸溶液(4.3.2.5)调节至溶液红色消失。加入 10 mL 溴酸钾-溴化钾溶液(4.3.2.6)和 20 mL 硫酸溶液(4.3.2.5),振荡 5 min 后,加入 10 mL 硫酸汞溶液(4.3.2.7),摇匀。于室温下放置 30 min 后,加入 15 mL 氯化钠溶液(4.3.2.3)和 10 mL 碘化钾溶液(4.3.2.8),摇匀后,放入暗处 5 min,然后用硫代硫酸钠标准溶液(4.3.2.9)滴定至淡黄色时,加入 1 mL 淀粉溶液(4.3.2.10),继续滴定至蓝色突变为无色为终点。同时做空白试验。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的游离单体(以马来酸计)含量 X_3 ,按式(5)计算:

$$X_3 = \frac{(V_0 - V) \cdot c \times 0.058}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: V_0 ——空白试验时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

V ——测定试样时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.058——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的,以克表示的马来酸的质量。

所得结果应表示至二位小数。

4.3.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果;平行测定结果的绝对差值不大于 0.7%;不同实验室测定结果的绝对差值不大于 2%。

4.4 pH 值的测定

4.4.1 仪器、设备

4.4.1.1 酸度计:分度值为 0.02 pH 单位配有玻璃电极和饱和甘汞电极。

4.4.2 分析步骤

称取 1.00 g 试样于烧杯中,用水溶解后,加水稀至 100 mL,搅拌均匀,将甘汞电极和玻璃电极浸入被测试样中,在已定位的酸度计上测定试样的 pH 值。

两次平行测定结果之差不大于 0.2pH 单位,取其算术平均值为测定结果。

4.5 密度的测定 密度计法

4.5.1 方法提要

在一定的温度下用密度计测出试样的密度。

4.5.2 仪器、设备

4.5.2.1 密度计:1.15~1.25 g/cm³;

4.5.2.2 恒温水浴:温度控制在 20 °C ± 0.5 °C。

4.5.3 分析步骤

将约 200 mL 的试样移入 250 mL 量筒中,放入恒温水浴(4.5.2.2)中,恒温 10 min 后,将密度计(4.5.2.1)轻轻插入量筒中,待稳定后,按弯月面上边缘读取读数。

5 检验规则

5.1 马-丙共聚物应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准。每一批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、等级、批号、生产日期、出厂日期、产品净重和本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定,检验所收到的产品是否符合本标准的要求。

5.3 马-丙共聚物按批检验,每批的重量规定不超过 2 t。

5.4 按 GB 6678 第 6.6 条规定确定采样单元数。采样时,用玻璃管或塑料管插入桶深 5/6 处取出试样,每桶取出的试样不得少于 200 g,分别装入两个清洁、干燥的瓶中,密封瓶口,并在瓶上贴标签,标签上应注明生产厂名称、产品名称、产品批号、等级和取样日期。一瓶由质量检验部门检验,另一瓶作为保留样品,以备查验,保留期为一年。

5.5 如果检验结果中有一项不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装中取样进行核验,核验的结果,即使只有一项不符合本标准的要求时,则整批马-丙共聚物不能验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,可按《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 马-丙共聚物用聚乙烯塑料桶包装,每桶净重 25 kg。长途运输时,需要外包装,由供需双方另行协商。

6.2 每个桶上应附有质量证明书,其内容包括:产品名称、生产厂名称、规格、等级、批号、净重、生产日期和本标准编号。

6.3 外包装上应涂刷符合 GB 191 规定的向上和怕热标志。

6.4 搬运和运输过程中应按放置方向小心轻放,严禁撞击,以免泄漏。

6.5 运输适用于常规的运输方式进行。

6.6 贮存时应放于阴凉通风处,不得曝晒和接近热源,贮存期一年。

7 安全要求

马-丙共聚物产品具有一定的腐蚀性。操作人员在进行作业时应戴上防护用具,避免直接接触。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由南京化工学院负责起草。

本标准主要起草人赵雪英、赵任辉、冯惠芬。

ICS 71.100.99
G 77
备案号:18168—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2230—2006
代替 HG/T 2230—1991

水处理剂 十二烷基二甲基苄基氯化铵

Water treatment chemicals-Dodecyl dimethyl benzyl ammonium chloride

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由 HG/T 2230—1991《水处理剂 十二烷基二甲基苄基氯化铵》修订而成。

本标准与 HG/T 2230—1991 相比主要技术差异为：

- 取消了产品等级的划分；
- 活性物含量由“44%~46%”改为“ $\geq 44.0\%$ ”；
- 铵盐含量改为 $\leq 2.0\%$ ；
- 取消色泽(Hazen)的测定；
- 产品的批量由“每批产品质量不超过 2 t”改为“每批产品不超过 5 t”。

本标准自实施之日起代替 HG/T 2230—1991。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位：天津化工研究设计院、常州市科威精细化工厂、山东省枣庄市泰和化工厂。

本标准主要起草人：李琳、邵宏谦、袁丽娟、孙宝季。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

本标准于 1991 年首次发布。

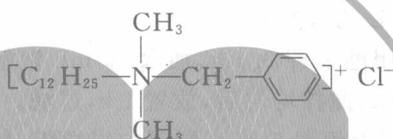
水处理剂 十二烷基二甲基苄基氯化铵

1 范围

本标准规定了十二烷基二甲基苄基氯化铵产品的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于以十二烷基二甲基胺与氯化苄合成制得的十二烷基二甲基苄基氯化铵。该产品在水处理中作为杀菌灭藻剂使用。

结构式：



分子式： $\text{C}_{24}\text{H}_{48}\text{NCl}$

相对分子质量：340.00(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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

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(neq ISO 3696:1987)

3 技术要求

3.1 外观：无色至淡黄色黏稠透明液体。

3.2 十二烷基二甲基苄基氯化铵应符合表 1 要求。

表 1

指标名称		指标
活性物含量/%	≥	44.0
铵盐含量/%	≤	2.0
pH 值		6.0~8.0

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。

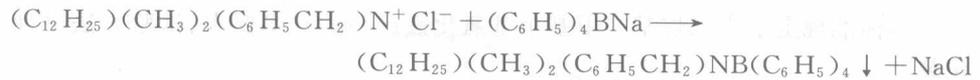
试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有特殊注明时，均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

4.1 活性物含量的测定

4.1.1 方法提要

十二烷基二甲基苄基氯化铵为季铵盐类阳离子表面活性剂,能与二氯荧光黄生成螯合物。当用四苯硼钠溶液滴定时,从螯合物中置换出二氯荧光黄,生成嫣红色的复合物。达到终点时,过量的四苯硼钠与指示剂反应,溶液中的复合物由嫣红色变为黄色。由四苯硼钠的消耗量计算出试样中活性物含量。

反应式为:



4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 四苯硼钠。

4.1.2.2 蔗糖。

4.1.2.3 二氯荧光黄指示剂:10 g/L 乙醇溶液。

4.1.2.4 四苯硼钾试液:称取苯二甲酸氢钾 0.1 g,加水 50 mL 溶解。加冰乙酸 1.0 mL。在此溶液中加入未经标定的四苯硼钠溶液 15 mL,搅拌均匀后,放置 1 h,过滤。将生成的沉淀物,用水洗涤,取沉淀物的一半,加水 100 mL,在 50℃ 水浴上恒温 5 min,同时加以搅拌,然后急速冷却,冷至室温后放置 2 h,过滤。弃去最初滤液 30 mL,余下滤液备用。有效期三个月。

4.1.2.5 四苯硼钠标准滴定溶液: $c[(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{BNa}]$ 约 0.02 mol/L。

4.1.2.5.1 配制:称取四苯硼钠约 7 g,精确至 0.01 g。加水 50 mL,微热助溶,加硝酸铝 0.5 g,振摇 5 min,加水 250 mL,再加入氯化钠 16.6 g,溶解后静置 30 min,用双层定量中速滤纸过滤,加水 600 mL,用氢氧化钠调 pH 值为 8~9,加水至 1 000 mL,过滤,溶液置于棕色瓶中备用。有效期六个月。

4.1.2.5.2 标定:称取 105℃~110℃ 下恒重的苯二甲酸氢钾 0.500 0 g,精确至 0.2 mg,加水 100 mL 溶解,加冰乙酸 2.0 mL,在水浴中加温至 50℃,从滴定管中徐徐加入 50 mL 配制好尚未标定的四苯硼钠溶液,然后急速冷却,同时加以搅拌,在常温下放置 1 h,用恒重过的 G₄ 坩埚式过滤器过滤,滤渣用四苯硼钾试液洗涤 3 次,每次 5 mL,滤渣在 (105±2)℃ 干燥至恒重。

4.1.2.5.3 计算:

$$c = \frac{1\,000m}{VM}$$

式中:

c ——四苯硼钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——四苯硼钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——滤渣的质量的数值,单位为克(g);

M ——四苯硼钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=358.3$)。

4.1.3 仪器和设备

4.1.3.1 恒温水浴:37℃~100℃,水温波动±1℃。

4.1.3.2 干燥箱:温控器灵敏度±1℃。

4.1.3.3 真空泵。

4.1.3.4 坩埚式过滤器:G₄。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试液的配制:称取约 8 g 十二烷基二甲基苄基氯化铵试样,精确至 0.001 g,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀备用。有效期为一星期。

4.1.4.2 测定:移取 25 mL 试液于 150 mL 锥形瓶中,加入蔗糖 1.5 g,微热助溶,冷至室温,加入 2 滴~3 滴二氯荧光黄指示剂,用四苯硼钠标准滴定溶液滴定至溶液中的沉淀由嫣红色变为黄色,即为终点。

4.1.5 分析结果的表达

活性物含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM}{1\ 000m \times 25/1\ 000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定中试样消耗四苯硼钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——四苯硼钠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 ——十二烷基二甲基苄基氯化铵的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=340.0$)。

4.1.6 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%。

4.2 铵盐含量的测定

4.2.1 方法提要

由于试样中的铵盐是以十二叔胺乙酸盐或十二叔胺盐酸盐的形式存在,显酸性,故可用酸碱滴定的原理,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 异丙醇。

4.2.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约0.05 mol/L。

4.2.2.3 酚酞指示剂:10 g/L 乙醇溶液。

4.2.3 分析步骤

称取约3 g 十二烷基二甲基苄基氯化铵试样,精确至0.2 mg,置于150 mL 锥形瓶中,加异丙醇30 mL使之溶解,加3滴~4滴酚酞指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至粉红色,放置30 s不变色即为终点。

4.2.4 分析结果的表述

铵盐含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{VcM}{1\ 000m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——十二叔胺乙酸盐的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=273.4$)。

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 pH值的测定

4.3.1 仪器、设备

酸度计:分度值为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。

4.3.2 分析步骤

将试样置于烧杯中,搅拌均匀,把电极浸入被测试样中,在已定位的酸度计上读出试样的pH值。

5 检验规则

5.1 本标准表1规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 水处理剂十二烷基二甲基苄基氯化铵应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,生产厂应保证每

批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.3 每批产品不超过 5 t。

5.4 按 GB/T 6678 第 7.6 条的规定确定采样单元数。

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 1 000 mL,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。

5.5 检验结果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进行核验,核验结果有一项指标不符合本标准的要求时,整批产品为不合格。

5.6 按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。

5.7 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 水处理剂十二烷基二甲基苄基氯化铵的包装桶上应涂刷牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、本标准编号、厂址及 GB 191 规定的标志“3”向上。

6.2 每批出厂的水处理剂十二烷基二甲基苄基氯化铵都应附有质量合格证。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净质量、批号或生产日期和本标准编号。

6.3 水处理剂十二烷基二甲基苄基氯化铵采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净质量 20 kg 或 25 kg;或采用内喷塑铁桶包装,每桶净质量 200 kg。

6.4 运输时要严防曝晒,贮存在通风干燥的库房里。

6.5 水处理剂十二烷基二甲基苄基氯化铵的贮存期为一年。

7 安全要求

水处理剂十二烷基二甲基苄基氯化铵产品有一定的腐蚀性和刺激性,操作人员进行作业时,应戴防护用具,避免直接接触。

ICS 71.100.99
G 77
备案号:18169—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2429—2006
代替 HG/T 2429—1993

水处理剂 丙烯酸-丙烯酸酯类共聚物

Water treatment chemicals-Acrylic acid-Acrylates copolymer



2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由 HG/T 2429—1993《水处理剂 丙烯酸-丙烯酸酯类共聚物》修订而成。

本标准与 HG/T 2429—1993 相比主要技术差异为：

- 取消了产品类别和等级的划分；
- 游离单体的指标改为“ $\leq 0.50\%$ ”；
- 产品的批量由“每釜产品为一批”改为“每批产品不超过 20 t”。

本标准自实施之日起代替 HG/T 2429—1993。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位：天津化工研究设计院、常州市科威精细化工厂、山东省枣庄市泰和化工厂。

本标准主要起草人：邵宏谦、李琳、袁丽娟、栾静。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

本标准于 1993 年首次发布。

表 1(续)

项 目	指 标
密度(20℃)/(g/cm ³)	≥ 1.10
游离单体(以丙烯酸计)/%	≤ 0.50
pH 值(10g/L 水溶液)	2.0~3.0(6.5~8.5) ^a
^a 当产品被中和后,其 pH 值应在 6.5~8.5 之间。	

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。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有特殊注明时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

4.1 固体含量的测定

4.1.1 方法提要

在一定温度下,将试样置于电热干燥箱内烘干至恒重。

4.1.2 仪器和设备

一般实验室仪器。

称量瓶: d 60 mm×30 mm。

4.1.3 分析步骤

用预先于(120±2)℃干燥至恒重的称量瓶,称取约 0.5 g 试样,精确至 0.2 mg,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±2)℃干燥至恒量(约需干燥 4 h)。

4.1.4 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:

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

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 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.1.5 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 0.35%。

4.2 极限黏数的测定

4.2.1 方法提要

试样溶于硫氰酸钠溶液中,用乌氏黏度计测定极限黏数。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 氢氧化钠溶液:80 g/L。

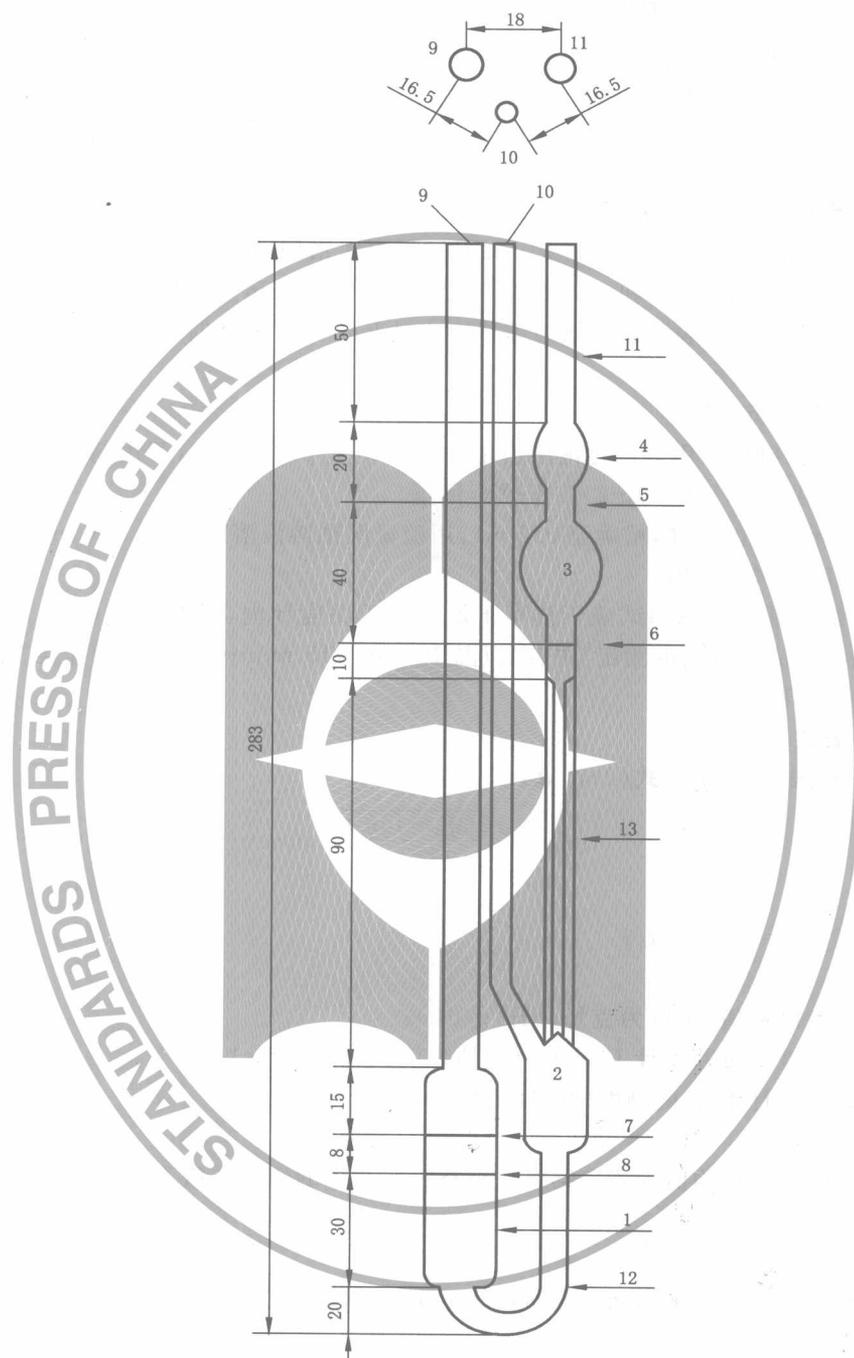
4.2.2.2 硫氰酸钠溶液:101 g/L。

4.2.3 仪器和设备

一般实验室仪器。

4.2.3.1 乌氏黏度计(如图 1):毛细管内径 0.50 mm(±2%),(30±0.3)℃时,蒸馏水流出计时标线

E、F 的时间为 100 s 以上。



- | | |
|------------------------|----------------------------|
| 1—底部贮球, 外径 26 mm; | 9—架置管, 外径 11 mm; |
| 2—悬浮水平球; | 10—下部出口管, 外径 6 mm; |
| 3—计时球, 容积 3.0 mL(±5%); | 11—上部出口管, 外径 7 mm; |
| 4—上部贮球; | 12—连接管, 内径 6.0 mm(±5%); |
| 5,6—计时标线; | 13—工作毛细管, 内径 0.50 mm(±2%)。 |
| 7,8—充装标线; | |

注: 各管长度及球形尺寸公差为±10%或±10 mm, 以最小值而定。

图 1 乌氏黏度计

- 4.2.3.2 恒温水浴:温度控制在 $(30 \pm 0.3)^\circ\text{C}$ 。
- 4.2.3.3 温度计: $0^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$,分度值为 0.1°C 。
- 4.2.3.4 秒表:最小分度值 0.1 s 。
- 4.2.3.5 培养皿: $d85\text{ mm}$ 。
- 4.2.3.6 玻璃烧结漏斗: G_3 。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 硫氰酸钠溶液流出时间的测定

将洁净干燥的乌氏黏度计垂直置于 $(30 \pm 0.3)^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中,加入经 G_3 玻璃烧结漏斗过滤的硫氰酸钠溶液至黏度计内,待液面达G和H刻度之间为止,恒温 $10\text{ min} \sim 15\text{ min}$ 。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E、F刻度间的时间,连续测定三次,误差不超过 0.2 s ,取其平均值,以 t_0 表示。

4.2.4.2 试液的制备及测定

称取 10 g 试样于培养皿中,用氢氧化钠溶液中和试样使其pH值为9,可用精密pH试纸指示,放入电热干燥箱中,从室温升温,于 $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥至恒量。

称取 $0.8\text{ g} \sim 1.0\text{ g}$ 干燥的试样,精确至 0.2 mg ,用硫氰酸钠溶液溶解,移入 100 mL 容量瓶中,并用硫氢酸钠溶液稀释至刻度,摇匀,备用。

加入经 G_3 玻璃烧结漏斗过滤的试液于洁净干燥的乌氏黏度计内,待液面达G和H之间为止,以下步骤按“硫氰酸钠溶液流出时间的测定”中自“恒温 $10\text{ min} \sim 15\text{ min} \dots$ ”开始操作至“不超过 0.2 s ”为止。取其平均值,以 t 表示。

4.2.5 分析结果的表述

以 dL/g 表示的极限黏数 $[\eta]$ 按式(2)计算:

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

式中:

- η_{sp} ——增比黏度, $\eta_{sp} = (t - t_0) / t_0$;
- η_r ——相对黏度, $\eta_r = t / t_0$;
- c ——试液的浓度的数值,单位为克每分升(g/dL);
- t_0 ——硫氰酸钠溶液流过黏度计E、F的时间的数值,单位为秒(s);
- t ——试液流过黏度计E、F两刻度的时间的数值,单位为秒(s)。

4.2.6 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超过 0.01 dL/g 。

4.3 密度的测定

4.3.1 方法提要

由密度计浸没在试样中达到平衡状态时所浸没的深度读出该试样的密度。

4.3.2 仪器和设备

- 4.3.2.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm^3 。
- 4.3.2.2 玻璃量筒: 250 mL 。
- 4.3.2.3 恒温水浴:温度控制在 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

4.3.3 分析步骤

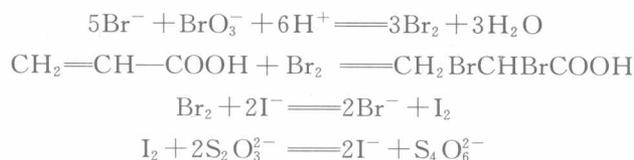
将待测试样注入清洁干燥的量筒内,不得有气泡,将量筒置于 20°C 的恒温水浴中,待试样温度恒定在 20°C 后,将清洁、干燥的密度计缓缓放入试样中,其下端距筒底 2 cm 以上,不得与筒壁接触。密度计的上端露出液面外的部分所沾液体不得超出 2 分度 ~ 3 分度,待密度计在试样中稳定后,读出密度计的刻度即为试样的密度。

4.4 游离单体含量的测定

4.4.1 方法提要

在游离单体(丙烯酸或丙烯酸酯)结构中含有双键,它能与溴起加成反应,根据这一特征反应测定游离单体含量。

反应式:



4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.4.2.2 碘化钾溶液:100 g/L。

4.4.2.3 氢氧化钠溶液:100 g/L。

4.4.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L。

4.4.2.5 溴标准溶液: $c(1/6\text{KBrO}_3)$ 约 5.6 g/L。

称取 5.6 g 溴酸钾和 50 g 溴化钾溶于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中用水稀至刻度摇匀备用。用棕色瓶贮存。

4.4.2.6 淀粉溶液:5 g/L。

4.4.3 分析步骤

4.4.3.1 样品(pH 值为 2.0~3.0)试液的制备和测定

称取 2 g~5 g 试样,精确至 0.2 mg,置于事先装有氢氧化钠溶液(其量按每克试样加 1 mL)的 100 mL 的容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀备用。

移取 10 mL 试液置于事先装有 15 mL 溴标准溶液(用移液管移取)的 500 mL 碘量瓶中,迅速加 5 mL 盐酸溶液,立即盖好瓶塞,加水封口。摇匀,放于暗处,反应 30 min。用移液管迅速加 10 mL 碘化钾溶液,加水封口,摇匀后放于暗处 10 min。取出,立即加水 150 mL,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色,加 2 mL 淀粉溶液继续滴定至蓝色消失,即为终点。同时作空白试验。

4.4.3.2 样品(pH 值为 6.5~8.5)的测定

称取 2 g~5 g 试样,精确至 0.2 mg,置于事先装有 10 mL 溴标准溶液(用移液管移取)的 500 mL 碘量瓶中,迅速加入 5 mL 盐酸溶液,立即盖好瓶塞,加水封口,摇匀,放于暗处,反应 30 min。以下步骤按“样品(pH 值为 2.0~3.0)试液的制备和测定”中自“用移液管迅速加入 10 mL 碘化钾溶液……”开始操作,至“同时作空白试验”为止。

4.4.4 分析结果的表述

游离单体(以丙烯酸计)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0 - V_1)c(M/2)}{1\,000m_2} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m_2 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——丙烯酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=72.06$)。

4.4.5 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 0.05%。

4.5 pH值的测定

4.5.1 仪器和设备

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。

4.5.2 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 检验规则

5.1 本标准表 1 规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 水处理剂丙烯酸-丙烯酸酯类共聚物应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.3 每批产品不超过 20 t。

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 1 000 mL,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。

5.6 按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。

5.7 检验结果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进行核验,核验结果有一项指标不符合本标准的要求时,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 水处理剂丙烯酸-丙烯酸酯类共聚物的包装桶上应涂刷牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、本标准编号、厂址及 GB/T 191 规定的标志 3“向上”。

6.2 每批出厂的水处理剂丙烯酸-丙烯酸酯类共聚物都应附有质量合格证。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净质量、批号或生产日期和本标准编号。

6.3 水处理剂丙烯酸-丙烯酸酯类共聚物采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净质量 25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净质量 200 kg。

6.4 运输时要严防曝晒,贮存在阴凉干燥的库房里。

6.5 水处理剂丙烯酸-丙烯酸酯类共聚物的贮存期为十二个月。

7 安全要求

水处理剂丙烯酸-丙烯酸酯类共聚物对皮肤和眼睛有一定的腐蚀性和刺激性,操作人员进行作业时,应戴防护手套和眼镜,避免与皮肤直接接触。

水处理剂 阻垢缓蚀剂Ⅱ

1 主题内容与适用范围

本标准规定了阻垢缓蚀剂Ⅱ产品的适用范围、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。

本标准适用于以丙烯酸-丙烯酸酯类共聚物和羟基乙叉二磷酸为主要成分复配而成的不含重金属及磺酸盐的全有机阻垢缓蚀剂Ⅱ。

该产品主要用作敞开式循环冷却水系统作阻垢缓蚀剂用。

2 引用标准

- GB 191 包装储运图示标志
 GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
 GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
 GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法
 GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 技术要求

- 3.1 外观:无色或淡黄色透明液体。
 3.2 阻垢缓蚀剂Ⅱ应符合表1要求。

表1

项 目	指 标	
	一等品	合格品
磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量, %	8.00 ± 0.50	8.00 ± 1.00
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量, %	≤ 0.40	0.70
固体含量, %	≥ 21.00	
密度, g/cm^3	1.10~1.18	1.10~1.25
pH(原液)	4.5 ± 0.5	

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均使用分析纯试剂和符合 GB 6682 中规定的三级水。

试验中所需标准溶液、制剂在没有特殊注明时,均按 GB 601、GB 603 的规定制备。

4.1 磷酸盐含量的测定 光度法

4.1.1 方法提要

中华人民共和国化学工业部1993-04-22批准

1994-01-01实施

在酸性介质中,磷酸盐和亚磷酸与过硫酸铵在加热的条件下,均转变成正磷酸,利用钼酸铵和磷酸反应生成铋磷钼酸配合物,以抗坏血酸还原成“铋磷钼蓝”,用吸光光度法测定总磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)的含量,然后减去磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)和亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)的含量,计算出磷酸盐含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 磷酸盐标准贮备液:1mL 溶液含有 0.500mg PO_4^{3-} ;称量 0.7165g 预先在 100℃~105℃ 干燥至恒重的磷酸二氢钾(GB 1274),精确至 0.000 2g。置于烧杯中,加水溶解,移入 1 000mL 容量瓶中用水稀释至刻度,摇匀;

4.1.2.2 磷酸盐标准溶液:1mL 溶液含有 0.020mg PO_4^{3-} ;吸取 20.00mL 磷酸盐标准贮备溶液(4.1.2.1)于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

4.1.2.3 钼酸铵溶液:称量 6.0g 钼酸铵(GB 657)溶于约 500mL 水中,加入 0.2g 酒石酸锑钾和 83mL 浓硫酸(GB 625),冷却后稀释至 1L,混匀,贮于棕色瓶中,贮存期 6 个月;

4.1.2.4 抗坏血酸溶液:称量 17.6g 抗坏血酸溶于适量水中,加入 0.2g 乙二胺四乙酸二钠(GB 1401)和 8mL 甲酸,用水稀释至 1L,混匀。贮存于棕色瓶中。贮存期 15d;

4.1.2.5 硫酸(GB 625): $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{mol/L}$;

4.1.2.6 过硫酸铵(GB 656):24g/L 溶液,贮存期 7 天。

4.1.3 仪器和设备

一般试验室用仪器和

4.1.3.1 分光光度计,波长范围 400~800nm;

4.1.3.2 可调电炉:800W。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试料

a. 试样溶液的制备:称量约 1.5g 试样,精确至 0.000 2g,置于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液供测定正磷酸盐含量用。

b. 吸取上述溶液 10.00mL 于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液供测定总磷酸盐含量用。

4.1.4.2 正磷酸盐含量的测定

吸取 20.00mL 试样溶液(4.1.4.a)于 50mL 容量瓶(或比色管)中,加入 20mL 水,再加入 5mL 钼酸铵溶液(4.1.2.3)、3mL 抗坏血酸溶液(4.1.2.4),用水稀释至刻度,摇匀。在 25℃~30℃ 下放置 10min。在 710nm 处,用 1cm 比色皿,以试剂空白为参比,测量其吸光度。

4.1.4.3 总磷酸盐含量的测定

吸取 20.00mL 试液(4.1.4.b)于 100mL 锥形瓶中加入 1mL 硫酸溶液(4.1.2.5)和 5mL 过硫酸铵溶液(4.1.2.6),在可调电炉(4.1.3.2)上加热至沸,保持 10~15min(使溶液体积为原来的一半)。取下,冷却至室温,移入 50mL 容量瓶(或比色管)内。加入 5mL 钼酸铵溶液、3mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。于 25℃~30℃ 下放置 10min,在 710nm 处,用 1cm 的比色皿以试剂空白为参比测量其吸光度。

4.1.4.4 工作曲线的绘制

在一系列 50mL 容量瓶(或比色管)中,分别加入 0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00mL 磷酸盐标准溶液(4.1.2.2),加水约 20mL,然后加入 5mL 钼酸铵溶液(4.1.2.3)和 3mL 抗坏血酸溶液(4.1.2.4),用水稀释至刻度,摇匀。于 25℃~30℃ 下放置 10min。在 710nm 处,用 1cm 的比色皿,以试剂空白为参比,测量其吸光度。

以磷酸盐的毫克数为横坐标,相对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.1.5 分析结果的表述

4.1.5.1 以质量百分数表示的正磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量 X_1 ,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{20}{500}} \times 100 = \frac{2.5m_1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——由工作曲线上查得试样溶液中正磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)的量，mg；

m ——试料的质量，g。

4.1.5.2 以质量百分数表示的总磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量 X_2 ，按式(2)计算。

$$X_2 = \frac{m_2 \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{500} \times \frac{20}{500}} \times 100 = \frac{125m_2}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_2 ——由工作曲线上查得试样溶液中总磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)的量，g；

m ——试料的质量，g。

4.1.5.3 以质量百分数表示的磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量 X_3 ，按式(3)计算。

$$X_3 = X_2 - X_1 - X_4 \times 1.203 \dots\dots\dots (3)$$

式中： X_1 ——正磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量，%；

X_2 ——总磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量，%；

X_4 ——按第 4.2 条测得以质量百分数表示的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)的含量，%；

1.203——由亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)换算成磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)的系数。

4.1.6 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 0.30%。

4.2 亚磷酸含量的测定

4.2.1 方法提要

在 pH6.5~7.5 的条件下，亚磷酸被碘氧化成正磷酸，用硫代硫酸钠滴定过量的碘，从而测得亚磷酸的含量。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 硼酸铵饱和溶液；

4.2.2.2 碘(GB 675)： $c(1/2\text{I}_2) = 0.1\text{mol/L}$ 溶液；

4.2.2.3 硫酸(GB 625)：1+4 溶液；

4.2.2.4 硫代硫酸钠(GB 637)：标准滴定溶液 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$ ；

4.2.2.5 可溶性淀粉，5g/L 溶液。

4.2.3 分析步骤

4.2.3.1 称量 2~3g 试样，精确至 0.000 2g。于 250mL 碘量瓶中，加入约 25mL 水和 12mL 硼酸铵饱和溶液(4.2.2.1)，吸取 15.00mL 碘液(4.2.2.2)，立即盖好瓶塞，加上水封。于暗处放置 10~15min，然后加入 15mL 硫酸溶液(4.2.2.3)以硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.2.2.4)滴定至浅黄色时，加入 3mL 淀粉溶液(4.2.2.5)继续滴定至蓝色消失为终点。

4.2.3.2 空白试验

空白试验除不加试料之外，采用与测定完全相同的分析步骤，试剂和用量(滴定法中标准溶液的用量除外)。进行平行操作。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量 X_4 按式(4)计算：

$$X_4 = \frac{(V_0 - V) \times c \times 3.948}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中： V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

V ——滴定试料消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，mol/L；

m ——试料的质量, g;

0.039 48——与 1.00mL 标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)的质量。

4.2.5 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 0.03%。

4.3 固体含量的测定

4.3.1 仪器和设备

一般试验室用仪器和

4.3.1.1 称量瓶, $\phi 40\text{mm} \times 25\text{mm}$

4.3.1.2 恒温干燥箱

4.3.2 分析步骤

称量约 1g 试样, 精确至 0.000 2g, 置于已在 120℃ 下恒重的称量瓶(4.3.1.1)中, 然后放入恒温干燥箱(4.3.1.2)内, 于 120℃ \pm 2℃ 下干燥 5h, 取出于干燥器中冷却 30min, 称量。

4.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的固体含量 X_5 , 按式 5 计算:

$$X_5 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots \dots \dots (5)$$

式中: m_2 ——干燥后试料与称量瓶的质量, g;

m_1 ——试料与称量瓶的质量, g;

m_0 ——称量瓶的质量, g。

4.3.4 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 0.30%。

4.4 密度的测定

4.4.1 仪器和设备

4.4.1.1 密度计, 分度值为 0.001g/cm³;

4.4.1.2 量筒, 250mL。

4.4.2 测定

将试样注入清洁干燥的量筒(4.4.1.2)中, 不得有气泡, 将清洁干燥的密度计(4.4.1.1)缓缓浸入试样中, 其下端应离筒底 2cm 以上。不能与筒壁接触, 密度计上端露在外面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值。即为试样密度。

4.4.3 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 0.005g/cm³。

4.5 pH 值的测定

4.5.1 仪器

4.5.1.1 酸度计, 分度值为 0.02pH。

4.5.2 测定

将试样倒入 100mL 烧杯中, 把饱和甘汞电极和玻璃电极浸没于试样。用 pH=4.0 的缓冲溶液在已定位的酸度计(4.5.1.1)上进行测定, 读出 pH 值。

4.5.3 允许差

取连续测定两次读数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 0.05pH。

5 检验规则

5.1 阻垢缓蚀剂 II 应由生产厂质量监督部门进行检验, 每批出厂的产品都应符合本标准的要求。

- 5.2 使用单位可按照本标准的规定,核验所收到的阻垢缓蚀剂Ⅱ的质量是否符合本标准的要求。
- 5.3 产品应按批检验,每批产品质量不超过5t。
- 5.4 每批出厂产品应附有质量证明书,其内容包括:产品名称、生产厂名称、规格、等级、批号、净重、生产日期及本标准编号。
- 5.5 取样时应先充分搅匀,然后用玻璃管或聚乙烯塑料管插入桶中深度三分之二处取样。每桶所取试样不得少于100mL,总量不得少于1000mL,经充分混匀后,分别装入两个清洁、干燥的带磨口塞的瓶中,封口,粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、等级、批号和取样日期,一瓶由质量监督部门进行检验,另一瓶保存十个月备查。

取样桶数按表2规定选取

表2

每批总桶数	选取的最少桶数
1~10	全部桶数
11~49	11
50~64	12
65~81	13
82~101	14
102~125	15
126~151	16
152~181	17
182~216	18

- 5.6 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,则应重新自两倍量的取样桶数的包装桶中取样,进行核验,核验结果如仍有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格品,不能验收。
- 5.7 当供需双方对产品质量发生争议时,按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》规定办理。
- 5.8 采用GB 1250规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 包装、标志、运输和贮存

- 6.1 阻垢缓蚀剂Ⅱ用聚乙烯塑料桶或内衬聚乙烯塑料胆的大铁桶包装。长途运输时如需外包装,由供需双方另行协商。
- 6.2 每桶净重25kg或200kg。
- 6.3 每桶上应注明:生产厂名称、规格、等级、生产日期、批号、净重、商标和本标准编号。外包装上应涂刷符合GB 191规定的“向上”标志。
- 6.4 本产品应于室温下贮存,保持通风,防止曝晒,贮存期十个月。
- 6.5 本产品适用于常规运输方式运输。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。
 本标准由化学工业部天津化工研究院归口。
 本标准由化学工业部天津化工研究院试验厂负责起草。
 本标准主要起草人:杨莘、王美英、邵维仁。

水处理剂 阻垢缓蚀剂Ⅲ

1 主题内容与适用范围

本标准规定了阻垢缓蚀剂Ⅲ产品的适用范围、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。

本标准适用于以丙烯酸-丙烯酸酯类共聚物和羟基乙叉二磷酸和(甲基)苯骈三氮唑为主要成分,不含重金属、磺酸盐、膦羧酸复配而成的全有机型阻垢缓蚀剂Ⅲ。

该产品主要作为水处理阻垢缓蚀剂。

2 引用标准

- GB 191 包装贮运图示标志
 GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
 GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
 GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法
 GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 技术要求

- 3.1 外观:无色或淡黄色透明液体。
 3.2 阻垢缓蚀剂Ⅲ应符合表1要求。

表 1

项 目	指 标	
	一等品	合格品
磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量, %	7.30 ± 0.30	7.30 ± 0.50
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量, %	≤ 0.30	0.70
唑类(以 $\text{C}_6\text{H}_4\text{NHN}:\text{N}$ 计)含量, %	≥ 0.80	0.50
固体含量, %	≥ 23.00	
pH(1%水溶液)	1.12~1.17	
密度(20℃), g/cm^3	3.50 ± 1.00	

4 试验方法

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 6682 规定的三级水。

试验中所需标准溶液、制剂在没有注明其他规定时,均按 GB 601、GB 603 的规定制备。

4.1 磷酸盐含量的测定

4.1.1 方法提要

中华人民共和国化学工业部 1993-04-22 批准

1994-01-01 实施

在酸性介质中,磷酸盐和亚磷酸在硫酸和过硫酸铵存在下,加热,氧化成磷酸。利用钼酸铵、酒石酸锑钾和磷酸反应生成锑磷钼酸配合物,以抗坏血酸还原成“锑磷钼蓝”,用吸光光度法测定总磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量。然后再减去磷酸(以 PO_4^{3-} 计)和亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)的含量,计算出磷酸盐含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)标准贮备液:1mL溶液含有0.500mg PO_4^{3-} 。

称量0.7165g预先在 $100^\circ\text{C}\sim 105^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的磷酸二氢钾(GB 1274),精确至0.0002g。置于烧杯中,加水溶解,移入1000mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

4.1.2.2 磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)标准溶液:1mL溶液含有0.020mg PO_4^{3-} 。

吸取20.00mL磷酸盐标准贮备液(4.1.2.1)于500mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

4.1.2.3 钼酸铵溶液:称量6.0g钼酸铵(GB 657)溶于约500mL水中,加入0.2g酒石酸锑钾及83mL硫酸(GB 625),冷却后用水稀释至1000mL,摇匀。贮存于棕色试剂瓶中,贮存期6个月;

4.1.2.4 抗坏血酸溶液:称量17.6g抗坏血酸溶于约50mL水中,加入0.2g乙二胺四乙酸二钠(GB 1401)及8mL甲酸,用水稀释至1000mL,摇匀。贮存于棕色试剂瓶中。贮存期15d;

4.1.2.5 硫酸(GB 625): $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{mol/L}$ 溶液;

4.1.2.6 过硫酸铵(GB 656):24.0g/L溶液,贮存期7天。

4.1.3 仪器和设备

一般试验室用仪器和

4.1.3.1 分光光度计:波长范围400~800nm;

4.1.3.2 可调电炉:800W。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试液制备

4.1.4.1.1 称量约3.0g试样,精确至0.0002g,用水溶解后移至500mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.1.4.1.2 吸取试液(4.1.4.1.1)10.00mL于1000mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.1.4.2 测定

4.1.4.2.1 总磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量的测定

吸取20.00mL溶液(4.1.4.1.2)于50mL锥形瓶中,加入1mL硫酸溶液(4.1.2.5)、5mL过硫酸铵溶液(4.1.2.6)。在电炉上加热至沸,保持10min,至溶液体积为原来的一半。取下冷却至室温,然后全部移至50mL比色管中,加入5mL钼酸铵溶液(4.1.2.3)、3mL抗坏血酸溶液(4.1.2.4),用水稀释至刻度,摇匀。在 $25^\circ\text{C}\sim 30^\circ\text{C}$ 下放置10min,用1cm比色皿在710nm处,以试剂空白为参比,测定其吸光度。

4.1.4.2.2 正磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量的测定

吸取10.00mL试液(4.1.4.1.1)于50mL比色管中,加入20mL水,5mL钼酸铵溶液(4.1.2.3)、3mL抗坏血酸溶液(4.1.2.4),用水稀释至刻度,摇匀。在 $25^\circ\text{C}\sim 30^\circ\text{C}$ 下放置10min,用1cm比色皿在710nm处,以试剂空白为参比,测定其吸光度。

4.1.4.3 磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)工作曲线的绘制

取7个50mL比色管依次加入0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00mL磷酸盐标准溶液(4.1.2.2),各加入20mL水、5mL钼酸铵溶液(4.1.2.3)、3mL抗坏血酸溶液(4.1.2.4),用水稀释至刻度,摇匀。于 $25^\circ\text{C}\sim 30^\circ\text{C}$ 下放置10min。用1cm比色皿在710nm处,以试剂空白为参比,测量其吸光度。以磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)的毫克数为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.1.5 分析结果的表述

4.1.5.1 以质量百分数表示的总磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量 X_1 ,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{500} \times \frac{20}{1000}} \times 100$$

$$= \frac{250m_1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得试料溶液中总磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)的量，mg；
 m ——试料的质量，g。

4.1.5.2 以质量百分数表示的正磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量 X_2 ，按式(2)计算。

$$X_2 = \frac{m_2 \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{500}} \times 100$$

$$= \frac{5m_2}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_2 ——从工作曲线上查得试料溶液中正磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)的量，g；
 m ——试料的质量，g。

4.1.5.3 以质量百分数表示的磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量 X_3 ，按式(3)计算。

$$X_3 = X_1 - X_2 - X_4 \times 1.203 \dots\dots\dots (3)$$

式中： X_4 ——从第 4.2 条测得的以质量百分数表示的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)的含量，%；
1.203——由亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)换算成磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)的系数。

4.1.6 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 0.30%。

4.2 亚磷酸含量的测定

4.2.1 方法提要

在 pH6.5~7.2 条件下，亚磷酸被碘氧化成正磷酸，用硫代硫酸钠滴定过量的碘，从而测出亚磷酸的含量。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 硼酸铵：饱和溶液；

4.2.2.2 碘(GB 675)： $c(1/2\text{I}_2) = 0.1\text{mol/L}$ 溶液；

4.2.2.3 硫酸(GB 625)：1+4 溶液；

4.2.2.4 硫代硫酸钠(GB 637)：标准滴定溶液 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$ ；

4.2.2.5 可溶性淀粉：5g/L 溶液。

4.2.3 测定步骤

4.2.3.1 称量 2.5g 试样，精确至 0.000 2g。于 250mL 碘量瓶中，加入约 20mL 水，12mL 硼酸铵饱和溶液(4.2.2.1)，15.00mL 碘溶液(4.2.2.2)，立即盖好瓶塞，水封。于暗处放置 10~15min，然后加入 15mL 硫酸溶液(4.2.2.3)，以硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.2.2.4)滴定至浅黄色时，加入 3mL 淀粉溶液(4.2.2.5)继续滴定至蓝色消失即为终点。

4.2.3.2 空白试验

空白试验除不加试料外，须与测定采用完全相同的分析步骤，试剂和用量(滴定法中标准溶液的用量除外)。进行平行操作。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量 X_4 ，按式(4)计算：

$$X_4 = \frac{(V_0 - V) \times c \times 0.03948}{m} \times 100$$

$$= \frac{(V_0 - V) \times c \times 3.948}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中： V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

V ——滴定试料消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，mol/L；

0.039 48——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)的质量;

m ——试料的质量, 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, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。

4.3 唑类含量的测定

4.3.1 试剂和材料

4.3.1.1 氢氧化钾: $c(\text{KOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 溶液;

4.3.1.2 苯骈三氮唑标准溶液: 1mL 溶液含有 0.1mg $\text{C}_6\text{H}_4\text{NHN} : \text{N}$ 。

称量 0.100 0g 苯骈三氮唑, 精确至 0.000 2g, 加入 10mL 氢氧化钾溶液(4.3.1.1)使之溶解。全部转移至 1 000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.3.2 仪器和设备

一般试验室用仪器和

4.3.2.1 紫外分光光度计, 附 1cm 石英比色皿。

4.3.3 分析步骤

4.3.3.1 测定

称量约 0.3g 试样, 精确至 0.000 2g, 用水溶解后移至 1 000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。用 1cm 石英比色皿, 在 259nm 处, 以水为参比, 测定其吸光度。

4.3.3.2 工作曲线的绘制

取 6 只 100mL 容量瓶依次加入 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00mL 苯骈三氮唑标准溶液(4.3.1.2), 用水稀释至刻度, 摇匀。用 1cm 石英比色皿, 在 259nm 处, 以水为参比, 测定其吸光度, 以苯骈三氮唑的毫克数为横坐标, 对应的吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的唑类(以 $\text{C}_6\text{H}_4\text{NHN} : \text{N}$ 计)含量 X_5 , 按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_1}{m \times 1000} \times 100$$

$$= \frac{m_1}{10m} \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得试料溶液中唑类(以 $\text{C}_6\text{H}_4\text{NHN} : \text{N}$ 计)的量, mg;

m ——试料的质量, g。

4.3.5 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 0.04%。

4.4 固体含量的测定

4.4.1 仪器和设备

一般实验室用仪器和

4.4.1.1 称量瓶: $\phi 60\text{mm} \times 30\text{mm}$;

4.4.1.2 恒温干燥箱

4.4.2 测定步骤

称量约 0.8g 试样, 精确至 0.000 2g, 置于已恒重的称量瓶(4.4.1.1)中, 小心摇动使试料自然流动, 于瓶内形成一层均匀的薄膜, 放入干燥箱(4.4.1.2)中, 逐渐升温至 120°C , 于 $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥 6h, 取出放入干燥器中, 冷却至室温, 称量。

4.4.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的固体含量 X_6 , 按式 6 计算:

$$X_6 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中： m_1 ——称量瓶的质量，g；
 m_2 ——干燥后试料与称量瓶的质量，g；
 m ——试料的质量，g。

4.4.4 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 0.30%。

4.5 pH 值的测定

4.5.1 仪器和溶液

一般实验室用仪器和

4.5.1.1 酸度计，分度值为 0.02pH。

4.5.1.2 pH 标准溶液：pH=4.00。

4.5.2 分析步骤

4.5.2.1 试料溶液的制备

称量 1.0g 试样，精确至 0.01g，置于烧杯中，加水溶解，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.2.2 测定

将试料溶液(4.5.2.1)倒入 50mL 干燥的烧杯中，将甘汞电极和玻璃电极浸入被测试液中，用 pH=4.00 的标准溶液(4.5.1.2)定位的酸度计(4.5.1.1)测定试液的 pH 值。

4.5.3 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 0.05pH。

4.6 密度的测定

4.6.1 仪器

一般实验室用仪器和

4.6.1.1 密度计：1.100~1.200，分度值为 0.001g/cm³；

4.6.1.2 玻璃量筒：250mL；

4.6.1.3 温度计：分度值为 1℃。

4.6.2 测定步骤

将试样注入清洁、干燥的量筒(4.6.1.2)中，不得有气泡。于 20℃将清洁、干燥的密度计(4.6.1.1)轻缓地放入试样中，下端应离筒底 2cm 以上，不能与筒壁接触，密度计上端露在外面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，即为试样的密度。

4.6.3 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 0.005g/cm³。

5 检验规则

5.1 阻垢缓蚀剂 III 应由生产厂质量监督部门进行检验，生产厂应保证出厂的产品符合本标准的要求。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对收到的产品进行检验，检验其质量是否符合本标准的要求。

5.3 产品按批检验，每批产品质量不超过 5t。

5.4 每批出厂产品应附有质量证明书，其内容包括：产品名称、生产厂名称、等级、生产日期、批号、净重和本标准编号。

5.5 取样时，取样桶数按表 2 规定选取。

表 2

每 批 总 桶 数	选取的最少桶数
1~10	全部桶数
11~49	11
50~64	12
65~81	13
82~101	14
102~125	15
126~151	16
152~181	17
182~216	18

取样时应先充分搅匀,然后用玻璃管或聚乙烯塑料管插入桶中深度三分之二处取样。每桶所取样不得少于 100mL,总量不得少于 1 000mL,经充分混匀后,分别装入两个清洁、干燥的带磨口塞的瓶中,封口,粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、等级、批号和取样日期。一瓶由质量监督部门进行检验,另一瓶保存一年,备查。

5.6 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,则应重新自两倍量的包装单元中取样,进行核验,核验结果即使有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格品,不能验收。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》规定办理。

5.8 采用 GB 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 包装、标志、运输和贮存

6.1 阻垢缓蚀剂Ⅲ用聚乙烯桶、衬塑铁桶包装,每桶净重 25kg 或 200kg。

6.2 包装桶上应有牢固清晰标志,内容包括:生产厂名称、产品名称、规格、等级、生产日期、批号、净重、商标和本标准编号。并涂刷符合 GB 191 规定的“向上”标志,其极限温度为-5℃。

6.3 本产品应于室温下贮存,保持通风,防止曝晒,贮存期一年。

6.4 本产品适用于常规运输方式运输。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院负责起草。

本标准主要起草人王丽蓉、钱惠琳、周红慧、张泰山、邵维仁。

前 言

本标准是对GB/T 10532—1989《水处理剂 六聚偏磷酸钠》修订后提出的。修订后的标准名称改为《水处理剂 聚偏磷酸钠》。在技术内容上,本标准与GB/T 10532—1989基本相同,并按GB/T 1.1—1993的要求重新进行了编写。

本标准非等效采用美国给水工程协会标准AWWA B 502—1983《玻璃状偏磷酸钠》,与AWWA B 502:1983的主要差异:

总磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量高于AWWA B 502:1983,增加了非活性磷酸盐指标;各项试验方法的操作条件不完全相同。

自本标准生效之日起,GB/T 10532—1989废止。

本标准的附录A是提示的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准起草单位:化工部天津化工研究院、成都市化工研究设计院。

本标准主要起草人:黄家栩、王蜀全、邵宏谦。

本标准于1989年首次发布,1996年第一次修订。

中华人民共和国化工行业标准

水处理剂 聚偏磷酸钠

HG/T 2837—1997

Water treatment chemicals—Sodium polymetaphosphate

1 范围

本标准规定了水处理剂 聚偏磷酸钠的技术要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输和贮存。
该产品主要用作工业循环冷却水的缓蚀剂。

分子式： $[\text{NaPO}_3]_n$

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
 GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)
 GB/T 603—1988 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—1989 极限数值的表示方法和判定方法
 GB/T 6678—1986 化工产品采样总则
 GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法
 GB/T 8946—1988 塑料编织袋

3 技术要求

3.1 外观：白色细粒状物。

3.2 水处理剂聚偏磷酸钠应符合表1要求。

表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
总磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量, %	≥ 68.0	67.0	65.0
非活性磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量, %	≤ 7.5	8.0	10.0
水不溶物含量, %	≤ 0.05	0.10	0.15
铁(Fe)含量, %	≤ 0.05	0.10	0.20
pH 值(1%水溶液)	5.8~7.3		
溶解性	合格	合格	合格
平均聚合度, n	10~16	—	—

中华人民共和国化学工业部1997-02-04批准

1997-10-01实施

4 采样

- 4.1 按GB/T 6678第6.6条的规定确定采样单元数。
- 4.2 使用采样管沿包装袋的垂直中心线插入到袋深的三分之二处采样。将所采样品混匀,用四分法缩分至约500g,立即装入两个清洁、干燥的广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,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。
- 4.3 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进行核验,核验结果有一项指标不符合本标准的要求时,整批产品不能验收。

5 试验方法

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GB/T 6682规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603之规定制备。

采用GB/T 1250规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

5.1 总磷酸盐含量的测定

5.1.1 方法提要

在酸性溶液中试样全部水解为正磷酸盐。加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、干燥、称量。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 硝酸;

5.1.2.2 硝酸:1+1溶液;

5.1.2.3 喹钼柠酮溶液;

制备方法:

溶液Ⅰ:称取70g钼酸钠,溶于150mL水中;

溶液Ⅱ:称取60g柠檬酸,溶于85mL硝酸(5.1.2.1)和150mL水的混合液中;

溶液Ⅲ:量取5mL喹啉,溶于35mL硝酸(5.1.2.1)和100mL水的混合液中。

在不断搅拌下,先将溶液Ⅰ缓慢加入到溶液Ⅱ中。再将溶液Ⅲ缓慢加入到溶液Ⅱ中。混匀,放置24h,过滤。在滤液中加入280mL丙酮,用水稀释至1000mL,混匀。贮于有色玻璃瓶或聚乙烯瓶中。

5.1.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.1.3.1 坩埚式过滤器:滤板孔径为5μm~15μm;

5.1.4 分析步骤

称取约2g试样(精确至0.0002g),置于100mL烧杯中,常温下加水溶解。全部转移到500mL容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。

移取15.00mL试液,置于400mL高型烧杯中,加15mL硝酸(5.1.2.2)、70mL水。煮沸15min,趁热加入50mL喹钼柠酮溶液,煮沸1min。冷却至室温。

用已于测定温度下恒重的坩埚式过滤器以倾析法过滤。在烧杯中洗涤沉淀三次,每次用水约15mL。将沉淀移入坩埚式过滤器中,继续用水洗涤。所用洗水共约150mL。于180℃±5℃下干燥45min,或于250℃±5℃下干燥30min。在干燥器中冷却,称量。

5.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的总磷酸盐(以P₂O₅计)含量(X₁)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times 0.03207}{m \times \frac{15}{500}} \times 100$$

$$= \frac{106.9m_1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀质量，g；
 m ——试料质量，g；

0.032 07——磷钼酸喹啉换算成五氧化二磷的系数。

5.1.6 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0.3%。

5.2 非活性磷酸盐含量的测定

5.2.1 方法提要

在试液中加入氯化钡，与六聚偏磷酸钠生成沉淀，过滤。在滤液中加入酸，使其余磷酸盐水解为正磷酸盐。加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀。过滤、洗涤、干燥、称量。

5.2.2 试剂和材料

5.1.2 条规定的试剂和材料以及

5.2.2.1 氯化钡($BaCl_2 \cdot 2H_2O$):25 g/L 溶液。

5.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.2.3.1 坩埚式过滤器:滤板孔径为5 μm ~15 μm ;

5.2.4 分析步骤

称取50.00 mL 试液，置于100 mL 容量瓶中，在不断摇动下加入30 mL 氯化钡溶液，充分摇动使沉淀完全。用水稀释至刻度，摇匀。干过滤。移取50.00 mL 滤液，置于400 mL 高型烧杯中，加15 mL 硝酸(5.1.2.2)、35 mL 水。煮沸15 min，趁热加入20 mL 喹钼柠酮溶液，煮沸1 min。冷却至室温。

用已于测定温度下恒重的坩埚式过滤器以倾析法过滤。在烧杯中洗涤沉淀三次，每次用水15 mL。将沉淀移入坩埚式过滤器中，继续用水洗涤。所用洗水共约150 mL。于180 $^{\circ}C \pm 5^{\circ}C$ 下干燥45 min，或于250 $^{\circ}C \pm 5^{\circ}C$ 下干燥30 min。在干燥器中冷却，称量。

5.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的非活性磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量(X_2)按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{m_1 \times 0.032\ 07}{m \times \frac{50}{500} \times \frac{50}{100}} \times 100$$

$$= \frac{64.14m_1}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中： m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀质量，g；
 m ——试料质量，g；

0.032 07——磷钼酸喹啉换算成五氧化二磷的系数。

5.2.6 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0.3%。

5.3 水不溶物含量的测定

5.3.1 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.3.1.1 坩埚式过滤器:滤板孔径为5 μm ~15 μm ;

5.3.2 分析步骤

称取约30 g 研磨后的试样(精确至0.01 g)，置于400 mL 烧杯中，加200 mL 水，加热至沸使之溶解。趁热用已于105 $^{\circ}C$ ~110 $^{\circ}C$ 恒重的坩埚式过滤器过滤。用热水洗涤10次，每次用水20 mL。在105 $^{\circ}C$ ~110 $^{\circ}C$ 下干燥至恒重。

5.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——坩埚式过滤器的质量, g;

m_2 ——水不溶物和坩埚式过滤器的质量, g;

m ——试料质量, g。

5.3.4 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0.01%。

5.4 铁含量的测定

5.4.1 方法提要

用抗坏血酸将试液中的三价铁还原成二价铁。在pH为2~9时,二价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色络合物。使用分光光度计在最大吸收波长(510 nm)下测其吸光度。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 盐酸:1+1溶液。

5.4.2.2 氨水:1+3溶液。

5.4.2.3 冰乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈4.5。

5.4.2.4 抗坏血酸:20 g/L溶液,使用期限10天。

5.4.2.5 邻菲罗啉:2 g/L溶液。

5.4.2.6 铁标准溶液:0.010 mg Fe/mL。按照GB/T 602配制后,移取100.00 mL,置于1 000mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。只限当日使用。

5.4.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.4.3.1 分光光度计:带有厚度为3 cm的吸收池。

5.4.4 工作曲线的绘制

在七个100 mL容量瓶中,分别加入0(试剂空白溶液)、1.00 mL、2.00 mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL铁标准溶液。

每个容量瓶都按下述规定同样处理:

加水至约40 mL,用盐酸调整溶液pH接近2(用精密pH试纸检查)。加2.5 mL抗坏血酸溶液、10 mL缓冲溶液、5 mL邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

使用分光光度计,用3 cm的吸收池,在510 nm波长处,以水为参比测定吸光度。

从每个标准参比溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以铁含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.4.5 分析步骤

5.4.5.1 试液的制备

称取约2.5 g试样(精确至0.01 g),置于250 mL烧杯中。加100 mL水、10 mL盐酸,加热煮沸15 min,冷却。全部转移到250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.5.2 空白试液的制备

在250 mL烧杯中加100 mL水、10 mL盐酸,加热煮沸15 min,冷却,全部转移到250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.5.3 显色

移取10.00 mL试液和10.00 mL空白试液,分别置于100 mL容量瓶中,加30 mL水,用氨水调整pH接近2(用精密pH试纸检验)。如2.5 mL抗坏血酸溶液、10 mL缓冲溶液、5 mL邻菲罗啉溶液。用

水稀释至刻度,摇匀。

5.4.5.4 吸光度的测定

使用分光光度计,用3 cm的吸收池,在510 nm波长处,以水为参比测定吸光度。

5.4.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 - m_0}{m \times \frac{10}{250} \times 1000} \times 100$$

$$= \frac{2.5 \times (m_1 - m_0)}{m} \dots \dots \dots (4)$$

式中: m_1 ——根据测得的试液的吸光度从工作曲线上查出的铁的量,mg;

m_0 ——根据测得的空白试液的吸光度从工作曲线上查出的铁的量,mg;

m ——试料质量,g。

5.4.7 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0.01%。

5.5 pH值的测定

5.5.1 仪器、设备

一般实验室仪器和

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

5.5.2 分析步骤

称取1.00 g±0.01 g试样,置于250 mL烧杯中。用100 mL不含二氧化碳的冷蒸馏水溶解。在室温下测定溶液的pH值。

5.5.3 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0.02 pH单位。

5.6 溶解性试验

5.6.1 分析步骤

在250 mL烧杯中加100 mL 10℃~38℃的水,置于电磁搅拌器上,放入长度3.5 cm~4.0 cm的搅拌子。在搅拌下加入5.0 g±0.1 g试样。试样应在20 min内全溶。

5.7 平均聚合度的测定

5.7.1 方法提要

以电位滴定法测定试样的端基磷含量。二倍总磷含量与端基磷含量之比即为平均聚合度。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 盐酸: $c(\text{HCl})$ 约1 mol/L溶液。

5.7.2.2 氢氧化钠: $c(\text{NaOH})$ 约0.15 mol/L标准滴定溶液。

5.7.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.7.3.1 酸度计:精度0.02 pH单位。配有饱和甘汞参比电极和玻璃测量电极。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 试液的制备

称取约2.5 g试样(精确至0.000 2g),置于100 mL烧杯中,加少量水溶解。全部转移到250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.7.4.2 端基磷含量的测定

移取50.00 mL试液,置于250 mL烧杯中,加50 mL水。将烧杯置于电磁搅拌器上,放入电磁搅拌子,开动搅拌器。把玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极插入溶入溶液中并与酸度计相联接。调整零点定

位。滴加盐酸溶液至溶液pH约为3。然后用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。记录每次加入氢氧化钠标准滴定溶液后的总体积和对应的pH值。当pH在4~5和9~10这两个范围时,每次只加0.10 mL。计算出 ΔpH 和 $\Delta^2\text{pH}$, ΔpH 出现最大值后再记录一个pH值。记录格式参见附录A。

5.7.4.3 计算

滴定端基磷含量所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积(V)按式(5)计算:

$$V = \left(V_2 + 0.1 \times \frac{b_2}{B_2} \right) - \left(V_1 + 0.1 \times \frac{b_1}{B_1} \right) \dots\dots\dots (5)$$

式中: V_1 ——pH在4~5之间时, ΔpH 达最大值前所加入氢氧化钠标准滴定溶液的总体积,mL;
 V_2 ——pH在9~10之间时, ΔpH 达最大值前所加入氢氧化钠标准滴定溶液的总体积,mL;
 b_1 ——pH在4~5之间时, $\Delta^2\text{pH}$ 最后一次正值;
 b_2 ——pH在9~10之间时, $\Delta^2\text{pH}$ 最后一次正值;
 B_1 ——pH在4~5之间时, $\Delta^2\text{pH}$ 最后一次正值与第一次负值绝对值之和;
 B_2 ——pH在9~10之间时, $\Delta^2\text{pH}$ 最后一次正值与第一次负值绝对值之和。

5.7.5 分析结果的表述

平均聚合度(n)按式(6)计算:

$$n = \frac{2X_1}{\frac{cV \times 0.07097}{m \times \frac{50}{250}} \times 100} = \frac{0.0564X_1m}{cV} \dots\dots\dots (6)$$

式中: X_1 ——5.1条测出的总磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量,%;
 V ——滴定端基磷含量所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL;
 c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;
 m ——试料质量,g;
0.07097——与1.00 mL氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的五氧化二磷的质量。

5.7.6 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0.5。

6. 标志、包装、运输、贮存

6.1 水处理剂聚偏磷酸钠的包装袋上应涂有牢固标志,内容包括:生产厂名、产品名称、等级、商标、批号或生产日期、净重、厂址及本标准编号。

6.2 每批出厂的水处理剂聚偏磷酸钠都应附有质量合格证。内容包括:生产厂名、产品名称、等级、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 水处理剂聚偏磷酸钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为不小于0.08 mm,外包装采用聚丙烯塑料编织袋,其性能和检验方法应符合GB 8946 B型的有关规定。内袋用尼龙绳或质量相当的线绳两次捆扎袋口,外袋用缝包机缝口,针距6 mm~7 mm,缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。每袋净重25 kg或50 kg。

6.4 运输时要严防雨淋和日晒,贮存在通风干燥的库房里。

附录 A

(提示的附录)

平均聚合度测定试验记录格式举例

平均聚合度测定试验记录见表 A1。

表 A1

氢氧化钠标准溶液体积, mL	pH	ΔpH	$\Delta^2\text{pH}$
0	3.01		
2.80	4.15		0.10
2.90	4.32	0.17	
3.00	4.59	0.27	0.11
3.10	4.97	0.38	-0.05
3.20	5.30	0.33	
7.50	9.10		0.02
7.60	9.29	0.19	
7.70	9.50	0.21	0.04
7.80	9.75	0.25	
7.90	9.99	0.24	-0.01

$$V = \left(7.70 + 0.1 \times \frac{0.04}{0.04 + 0.01} \right) - \left(3.00 + 0.1 \times \frac{0.11}{0.11 + 0.05} \right) \\ = 4.71(\text{mL})$$

前 言

本标准是对GB/T 10534—1989 修订后提出的。与前版的主要差异在于：

1 在前版优等品的基础上做了适当修改作为本标准的一等品；在前版一等品的基础上做了适当修改，作为本标准的合格品。

2 根据生产厂和用户意见，取消了铁、铵两项指标。

自本标准生效之日起，GB/T 10534—1989 作废。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准起草单位：化工部天津化工研究院、烟台第四化工厂。

本标准主要起草人：黄家栩、林洪源、李鹏、邵宏谦。

本标准于1989年首次发布，1996年第一次修订。

中华人民共和国化工行业标准

水处理剂 聚丙烯酸钠

HG/T 2838—1997

Water treatment chemicals—Sodium polyacrylate

1 范围

本标准规定了水处理剂 聚丙烯酸钠的技术要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输和贮存。
该产品主要用作工业水处理中的阻垢分散剂。

分子式： $(C_3H_3O_2Na)_n$

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB 191—1990 包装贮运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 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—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

3 技术要求

3.1 外观:无色或淡黄色透明液体。

3.2 水处理剂聚丙烯酸钠应符合表1要求。

表 1

项 目	指 标	
	一等品	合格品
固体含量,% \geq	30.0	30.0
游离单体(以 $CH_2=CH-COOH$ 计)含量,% \leq	0.50	1.0
pH 值	6.5~7.5	6.0~8.0
密度(20℃),g/cm ³ \geq	1.15	1.15
极限粘数(30℃),dL/g	0.060~0.085	0.055~0.10

4 采样

4.1 按GB/T 6678第6.6条的规定确定采样单元数。

中华人民共和国化学工业部1997-02-04批准

1997-10-01实施

4.2 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1 000 mL。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。

4.3 检验结果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进行核验,核验结果有一项指标不符合本标准的要求时,整批产品不能验收。

5 试验方法

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GB/T 6682规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 601、GB/T 603规定制备。

采用GB/T 1250规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

5.1 固体含量的测定

5.1.1 方法提要

在一定温度下,将试样置于电热干燥箱内烘干至恒重。

5.1.2 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.1.2.1 扁型称量瓶: d 60 mm×30 mm。

5.1.3 分析步骤

用预先于 $120^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的称量瓶,称取约1 g试样(精确至0.000 2g),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 $120^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥4 h。取出放入干燥器中冷却至室温,然后称量。

5.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的固体含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——称量瓶质量,g;

m_2 ——干燥后的试料与称量瓶质量,g;

m ——试料质量,g。

5.1.5 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0.3%。

5.2 游离单体含量的测定

5.2.1 方法提要

在酸性条件下,试样中游离单体的双键与溴起加成反应。过量的溴与碘化钾作用析出碘。以淀粉做指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液在中性或弱酸性条件下滴定析出的碘。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 盐酸:1+1溶液。

5.2.2.2 碘化钾:100 g/L溶液。

5.2.2.3 溴: $c(1/2\text{Br}_2)$ 约0.1 mol/L溶液。

5.2.2.4 硫代硫酸钠: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约0.1 mol/L标准滴定溶液。

5.2.2.5 可溶性淀粉:10 g/L溶液。

5.2.3 分析步骤

称取约4 g试样(精确到0.001 g),置于预先加入20 mL水的500 mL碘量瓶中。加入20.00 mL溴溶液,5 mL盐酸溶液,摇匀,于暗处放置20 min。取出,加入15 mL碘化钾溶液,摇匀,于暗处放置1min~

2min。取出,加入150 mL水,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加入1 mL~2 mL淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。

同时进行空白试验。

5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的游离单体(以 $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH}$ 计)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(V_0 - V)c \times 0.03603}{m} \times 100$$

$$= \frac{(V_0 - V)c \times 3.603}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V ——滴定试液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料质量, g;

0.03603——与1.00 mL硫代硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的丙烯酸的质量。

5.2.5 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,一等品不大于0.03%,合格品不大于0.06%。

5.3 pH值的测定

5.3.1 仪器、设备

5.3.1.1 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。

5.3.2 分析步骤

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。

5.4 密度的测定

5.4.1 仪器、设备

5.4.1.1 密度计:分度值为0.001 g/cm³。

5.4.1.2 恒温水浴:温度控制在20°C±0.1°C。

5.4.1.3 玻璃量筒:500 mL。

5.4.1.4 温度计:0~50°C,分度值为0.1°C。

5.4.2 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°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°C试样的密度。

5.5 极限粘数的测定

5.5.1 方法提要

将聚丙烯酸钠在101 g/L硫氰酸钠溶液中制成稀溶液,用乌氏粘度计测定其极限粘数。

5.5.2 试剂和材料

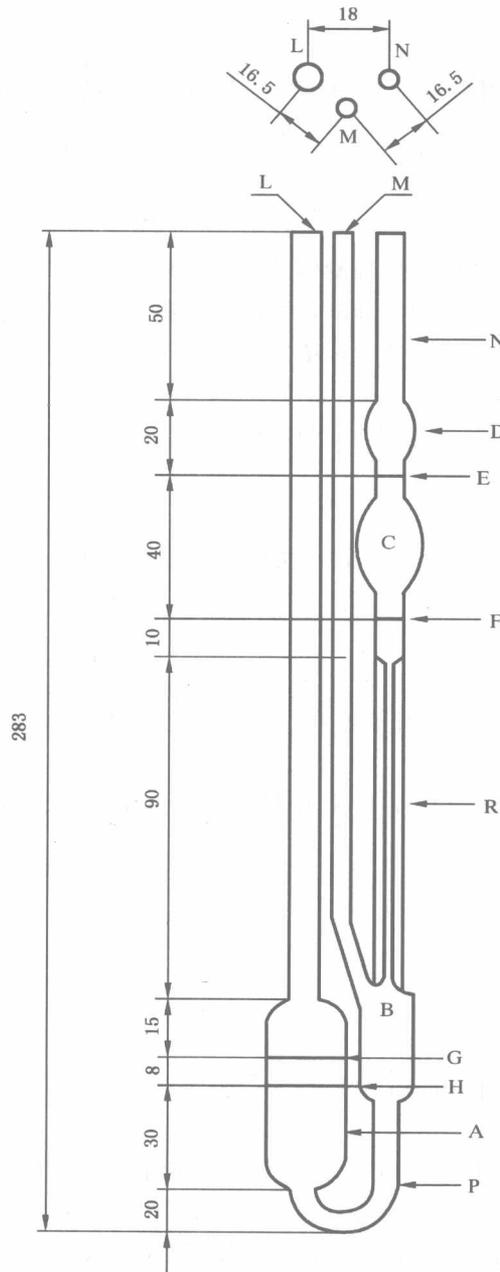
5.5.2.1 氢氧化钠:80 g/L溶液。

5.5.2.2 硫氰酸钠:101 g/L溶液。

5.5.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.5.3.1 乌氏粘度计(如图1):毛细管内径 $0.50\text{ mm}(\pm 2\%)$ 。30℃ $\pm 0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 时,蒸馏水流过计时标线E、F的时间为100 s以上。



A—低部贮球,外径26 mm;B—悬浮水平球;C—计时球,容积3.0 mL($\pm 5\%$);
 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($\pm 2\%$)

图1 乌氏粘度计

5.5.3.2 恒温水浴。

5.5.3.3 温度计:0~50℃,分度值0.1℃。

5.5.3.4 秒表:最小分值0.1 s。

5.5.3.5 培养皿: d 85 mm。

5.5.3.6 耐酸滤过漏斗:G3,40 mL。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 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 $30^{\circ}\text{C} \pm 0.3^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中,经G3耐酸滤过漏斗加硫氰酸钠溶液至乌氏粘度计充装标线G、H之间为止,恒温10 min~15 min。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0.2 s。取其平均值 t_0 (s)。

5.5.4.2 试液的制备

称取3 g~4 g试样置于培养皿中,用氢氧化钠溶液仔细调节试液的pH值至9.0(用精密pH试纸检查)。然后放入电热干燥箱内,从室温开始加热,于 $120^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥4 h,于干燥器中冷却至室温,即制成干燥试样。称取0.25 g~0.30 g干燥试样(精确到0.000 2g),置于50 mL烧杯中,用约20 mL硫氰酸钠溶液溶解,全部转移至50 mL容量瓶中,用硫氰酸钠溶液稀释至刻度,摇匀。

5.5.4.3 测定

将试液经G3耐酸滤过漏斗加入到洁净、干燥的乌氏粘度计中,至充装标线G、H之间为止,恒温10 min~15 min。用洗耳球将试液吸入C球标线E以上,用秒表测定试液流过计时标线E、F的时间,连续测定三次,误差不超过0.2 s,取其平均值 t (s)。

5.5.5 分析结果的表述

以dL/g表示的聚丙烯酸钠的极限粘数(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{\sqrt{2(\eta_{sp} - \ln \eta_r)}}{c} = \frac{\sqrt{2\left[\left(\frac{t}{t_0} - 1\right) - \ln \frac{t}{t_0}\right]}}{c} \quad (3)$$

式中: η_{sp} ——增比粘度, $\eta_{sp} = \frac{t - t_0}{t_0}$;

η_r ——相对粘度, $\eta_r = \frac{t}{t_0}$;

c ——试液的浓度, g/dL;

t_0 ——硫氰酸钠溶液流过粘度计计时标线E、F时间, s;

t ——试液流过粘度计计时标线E、F的时间, s。

5.5.6 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0.004 dL/g。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 水处理剂聚丙烯酸钠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、等级、商标、批号或生产日期、净重、厂址以及GB 190规定的“标志20 腐蚀品”、GB191规定的“标志3 向上”。

6.2 每批出厂的水处理剂聚丙烯酸钠都应附有质量合格证。内容包括:生产厂名、产品名称、等级、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 水处理剂聚丙烯酸钠采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净重25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净重200 kg。

6.4 运输时应防止曝晒,贮存在通风干燥的库房里。

6.5 水处理剂聚丙烯酸钠的贮存期为十个月。

前 言

本标准是对GB/T 10537—1989 修订后提出的。与前版的主要差异在于：

- 1 活性组分测定中,只保留磷钼酸喹啉重量法,取消了磷钼酸喹啉容量法。
- 2 磷酸盐含量测定改为磷钼酸铵分光光度法。
- 3 氯化物含量测定改为目视比浊法。

自本标准生效之日起,GB/T 10537—1989 废止。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准起草单位:化工部天津化工研究院。

本标准主要起草人:黄家栩、蓝成君、邵宏谦。

本标准于1989年首次发布。

中华人民共和国化工行业标准

水处理剂 羟基乙叉二膦酸二钠

HG/T 2839—1997

Water treatment chemicals—Disodium

1-hydroxyethylidene-1,1-diphosphonate, tetrahydrate

1 范围

本标准规定了水处理剂 羟基乙叉二膦酸二钠的技术要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输和贮存。

该产品主要用作工业水处理中的阻垢缓蚀剂。

分子式： $C_2H_6O_7P_2Na_2 \cdot 4H_2O$

相对分子质量：321.99(按 1993 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)
GB/T 603—1988 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—1989 极限数值的表示方法和判定方法
GB/T 6678—1986 化工产品采样总则
GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 8946—1988 塑料编织袋

3 要求

3.1 外观:白色粉末。

3.2 羟基乙叉二膦酸二钠应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
活性组分($C_2H_6O_7P_2Na_2 \cdot 4H_2O$), %	≥ 94.0	88.0	82.0
磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量, %	≤ 0.3	0.7	1.0
亚磷酸盐(以 PO_3^{3-} 计)含量, %	≤ 1.0	3.0	5.0
氯化物(以 Cl^- 计)含量, %	≤ 1.0	2.0	3.0
水不溶物含量, %	≤ 0.10	0.10	0.10

中华人民共和国化学工业部 1997-02-04 批准

1997-10-01 实施

4 采样

4.1 按GB/T 6678第6.6条的规定确定采样单元数。

4.2 使用采样管沿包装袋的垂直中心线插入到袋深的三分之二处采样。将所采样品混匀,用四分法缩分至约400 g,分装于两个清洁、干燥的广口瓶或聚乙烯瓶中,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。

4.3 检验结果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进行核验,核验结果有一项指标不符合本标准的要求时,整批产品不能验收。

5 试验方法

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GB/T 6682规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、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规定制备。

采用GB/T 1250规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

5.1 活性组分的测定

5.1.1 方法提要

羟基乙叉二膦酸二钠中含有有机膦酸盐、磷酸盐和亚磷酸盐。加入硫酸和分解剂加热分解,均转变成正磷酸盐。加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、干燥、称量,计算总磷含量。减去磷酸盐、亚磷酸盐相当的磷含量后计算出活性组分。

5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 硫酸:1+4溶液。

5.1.2.2 硝酸。

5.1.2.3 硝酸:1+1溶液。

5.1.2.4 过硫酸钾。

5.1.2.5 喹钼柠酮溶液:

制备方法:

溶液Ⅰ:称取70 g 钼酸钠,溶于150 mL水中;

溶液Ⅱ:称取60 g 柠檬酸,溶于85 mL硝酸(5.1.2.2)和150 mL水的混合液中;

溶液Ⅲ:量取5 mL 喹啉,溶于35 mL硝酸(5.1.2.2)和100 mL水的混合液中。

在不断搅拌下,先将溶液Ⅰ缓慢加入到溶液Ⅱ中。再将溶液Ⅲ缓慢加入到溶液Ⅱ中。混匀,放置24 h,过滤。在滤液中加入280 mL 丙酮,用水稀释至1 000 mL,混匀。贮于有色玻璃瓶或聚乙烯瓶中。

5.1.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.1.3.1 坩埚式过滤器:滤板孔径为5 μm ~15 μm ;

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 试液的制备

称取约2 g 试样(精确至0.000 2 g)加水溶解。全部转移至500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为试液A,供测定活性组分、磷酸盐、亚磷酸盐、氯化物含量用。

5.1.4.2 测定

移取15.00 mL 试液A,置于400 mL 高型烧杯中。加入10 mL 硫酸溶液,0.5 g 过硫酸钾,盖上表面皿,置于可控电炉上缓慢加热至浓厚白烟几乎赶尽。溶液呈粘稠状,仔细观察刚有细微结晶出现时,即取下冷却(分解的全过程约为30 min)。加入100 mL 水,加热,待结晶溶解后,稍冷,加入15 mL 硝酸溶液(5.1.2.3)、50 mL 喹钼柠酮溶液。盖上表面皿,煮沸1 min,冷却至室温。冷却过程中摇动3~4次。

用预先于 $180^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下恒重的坩埚式过滤器以倾析法过滤。在烧杯中洗涤沉淀三次,每次用水 15 mL,将沉淀全部转移至坩埚式过滤器中,继续用水洗涤,所用洗水共约 150 mL。于 $180^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 下干燥 45 min,在干燥器中冷却,称量,直至恒重。

5.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的总磷含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times 0.0140}{m_0 \times \frac{15}{500}} \times 100$$

$$= \frac{46.67 m_1}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_0 ——试样质量, g;

m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

0.0140——由磷钼酸喹啉换算成磷的系数。

以质量百分数表示的活性组分 ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_7\text{P}_2\text{Na}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = (X_1 - X_3 \times 0.3261 - X_4 \times 0.3922) \times 5.1978 \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_1 ——总磷含量;

X_3 ——5.2 条测得的磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量;

0.3261——磷酸根换算成磷的系数;

X_4 ——5.3 条测得的亚磷酸盐(以 PO_3^{3-} 计)含量;

0.3922——亚磷酸根换算成磷的系数;

5.1978——磷换算成 $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_7\text{P}_2\text{Na}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 的系数。

5.1.6 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 0.7%。

5.2 磷酸盐含量的测定

5.2.1 方法提要

在酸性条件下,正磷酸盐和钼酸铵反应生成黄色的磷钼杂多酸,用抗坏血酸还原成磷钼蓝,使用分光光度计,于最大吸收波长(710 nm)处测定吸光度。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 抗坏血酸:20 g/L 溶液。

称取 10 g 抗坏血酸溶于约 50 mL 水中,加入 0.20 g 乙二胺四乙酸二钠及 8 mL 甲酸,用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,保存期 15 天。

5.2.2.2 钼酸铵:26 g/L 溶液。

称取 13 g 钼酸铵溶于 200 mL 水中,加入 0.5 g 酒石酸锶钾和 120 mL 浓硫酸。冷却后用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中。

5.2.2.3 磷酸盐标准溶液:1 mL 含有 0.02 mg PO_4 。

按 GB/T 602 配制后,用移液管移取 20.00 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

5.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.2.3.1 分光光度计:带有厚度为 1 cm 的吸收池。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 工作曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中,分别加入 0(试剂空白溶液)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 磷酸盐标准溶液。分别加水至约 25 mL,各加 2.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水

稀释至刻度,摇匀,放置10 min。

使用分光光度计,用1 cm 吸收池,在710 nm 波长处,以水为参比测定吸光度。

从每个标准参比溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以磷酸根含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.2.4.2 测定

用移液管移取2.0 mL 试液A,置于50 mL 容量瓶中,加水至约25 mL。在另一个50 mL 容量瓶中加入25 mL 水作为空白试液。各加入2.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置10 min。

使用分光光度计,用1 cm 吸收池,在710 nm 波长处,以水为参比测定吸光度。

5.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{2}{500}} \times 100$$

$$= \frac{25(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——根据测得的试液吸光度从工作曲线上查出的磷酸根的量,mg;

m_0 ——根据测得的空白试液吸光度从工作曲线上查出磷酸根的量,mg;

m ——试料质量,g。

5.2.6 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%。

5.3 亚磷酸盐含量的测定

5.3.1 方法提要

在pH为7.0~7.5的条件下,碘将亚磷酸根氧化成磷酸根。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 五硼酸铵($\text{NH}_4\text{B}_5\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$):饱和溶液。

5.3.2.2 硫酸:1+3 溶液。

5.3.2.3 硫代硫酸钠: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约0.1 mol/L 标准滴定溶液。

5.3.2.4 碘: $c(1/2\text{I}_2)$ 约0.1 mol/L 溶液。

5.3.2.5 可溶性淀粉:10 g/L 溶液。

5.3.3 分析步骤

移取50.00 mL 试液A,置于250 mL 碘量瓶中,加入12 mL 饱和五硼酸铵溶液,用移液管加入25.00 mL 碘溶液,立即盖好瓶塞,于暗处放置10 min~15 min。加入15 mL 硫酸溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,溶液呈浅黄色时,加入1 mL~2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。

以50 mL 水代替试液,加入相同体积的所有试剂,按相同的步骤进行空白试验。

5.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚磷酸盐(以 PO_3^{3-} 计)含量 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(V_0 - V)c \times 0.0395}{m \times \frac{50}{500}} \times 100$$

$$= \frac{(V_0 - V)c \times 39.5}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中: V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

V ——滴定中消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料质量, g;

0.039 5——与 1.00 mL 硫代硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000$ mol/L] 相当的以克表示的亚磷酸根的质量。

5.3.5 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 0.1%。

5.4 氯化物含量的测定

5.4.1 方法提要

在硝酸介质中, 氯离子与硝酸银作用生成氯化银沉淀, 使溶液混浊。与标准比浊溶液进行目视比浊。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 硝酸: 1+3 溶液。

5.4.2.2 硝酸银: 17 g/L 溶液。

5.4.2.3 氯化物标准溶液: 1 mL 含 0.1 mg Cl。

5.4.3 分析步骤

移取 1.00 mL 试液 A, 置于 50 mL 比色管中, 加入 1 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液, 用水稀释至 50 mL, 摇匀, 放置 2 min。所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备: 用移液管移取氯化物标准溶液 (优等品取 0.40 mL、一等品取 0.80 mL、合格品取 1.20 mL), 置于 50 mL 比色管中, 与试液同时同样处理。

5.5 水不溶物含量的测定

5.5.1 试剂和材料

5.5.1.1 硝酸银: 17 g/L 溶液。

5.5.2 仪器、设备

一般实验室用仪器和

5.5.2.1 坩埚式过滤器: 滤板孔径 $5\ \mu\text{m} \sim 15\ \mu\text{m}$ 。

5.5.3 分析步骤

称取约 10 g 试样 (精确至 0.01 g), 置于 200 mL 烧杯中, 加 100 mL 水, 加热溶解。用已于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥恒重的坩埚式过滤器过滤, 用热水洗至无氯离子为止 (用硝酸银溶液检查)。于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥至恒重。

5.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 X_5 按式 (5) 计算:

$$X_5 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_2 ——干燥后坩埚式过滤器和残渣质量, g;

m_1 ——坩埚式过滤器质量, g;

m_0 ——试料质量, g。

5.5.5 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 0.02%。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 水处理剂羟基乙叉二膦酸二钠的包装袋上应涂刷牢固的标志, 内容包括: 生产厂名、产品名称、等级、商标、批号或生产日期、净重、厂址及本标准编号。

6.2 每批出厂的水处理剂羟基乙叉二膦酸二钠应附有质量合格证。内容包括: 生产厂名、产品名称、等级、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

- 6.3 水处理剂羟基乙叉二膦酸二钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于0.05 mm,外包装采用聚丙烯塑料编织袋,其性能和检验方法应符合GB/T 8946 B型的有关规定。内袋用尼龙绳或质量相当的线绳两次捆扎袋口,外袋用缝包机缝口,针距6 mm~7 mm,缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。每袋净重25 kg、40 kg或50 kg。
- 6.4 运输时要严防雨淋和日晒,贮存在通风干燥的库房里。
- 6.5 水处理剂羟基乙叉二膦酸二钠的贮存期为一年。
-

前 言

本标准是对GB/T 10536—1989修订后提出的。与前版的主要差异在于：

- 1 “有机磷含量”改为“活性组分”。
- 2 磷酸含量的测定方法改为磷钼酸铵分光光度法。
- 3 氯化物含量测定方法改为目视比浊法。

自本标准生效之日起，GB/T 10536—1989 废止。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准起草单位：化工部天津化工研究院、武进精细化工厂。

本标准主要起草人：黄家栩、杨自成、邵宏谦、蓝成君。

本标准于1989年首次发布。



中华人民共和国化工行业标准

水处理剂 氨基三甲叉磷酸(固体)

HG/T 2840—1997

Water treatment chemicals—Amino
trimethylene phosphonic acid (solid)

1 范围

本标准规定了水处理剂 氨基三甲叉磷酸(固体)的技术要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输和贮存。

该产品主要用作工业水处理中的阻垢剂、缓蚀剂。

分子式: $N(CH_2PO_3H_2)_3$

相对分子质量: 299.0 (按 1993 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

3 要求

3.1 外观:白色颗粒状固体。

3.2 氨基三甲叉磷酸(固体)应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
活性组分, %	≥ 80.0	75.0	70.0
氨基三甲叉磷酸含量, %	≥ 75.0	65.0	55.0
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量, %	≤ 2.0	4.0	8.0
磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量, %	≤ 1.0	1.0	2.0
氯化物(以 Cl^- 计)含量, %	≤ 2.5	4.0	6.0

中华人民共和国化学工业部 1997-02-04 批准

1997-10-01 实施

续表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
水分, %	≤ 12	15	17
水不溶物含量, %	≤ 0.05	0.05	0.05
pH(1%水溶液)	1.2~1.6	1.2~1.6	1.2~1.6

4 采样

4.1 按 GB/T 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。

4.2 使用采样管沿包装袋的垂直中心线插入到袋深的三分之二处采样。将所采样品混匀,用四分法缩分至约 400 g,分装于两个清洁、干燥的广口瓶或聚乙烯瓶中,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。

4.3 检验结果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进行核验,核验结果有一项指标不符合本标准的要求时,整批产品不能验收。

5 试验方法

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 GB/T 6682 规定的三级水。

试验中所用标准溶液、杂质标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

5.1 活性组分的测定

5.1.1 方法提要

在 $\text{pH} \approx 10$ 的介质中,有机磷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。

5.1.2 试剂和材料

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

5.1.2.2 氢氧化钠:8 g/L 溶液。

5.1.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液, $\text{pH} \approx 10$ 。

5.1.2.4 中性红:1 g/L 60%乙醇溶液。

5.1.2.5 紫脲酸铵:1 g 紫脲酸铵与 100 g 氯化钠研磨,混匀。

5.1.3 分析步骤

5.1.3.1 试液的制备

称取约 2 g 试样(精确至 0.000 2 g),加水溶解。全部转移到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为试液 A。

5.1.3.2 测定

移取 20.00 mL 试液 A,置于 250 mL 锥形瓶中。加入 20 mL 水、1~2 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 5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液、0.1 g 紫脲酸铵指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液滴定至溶液呈黄绿色即为终点。滴定时溶液温度不得低于 20℃。

5.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的活性组分 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \left[\frac{c \times V \times 0.299}{m_0 \times \frac{20}{500}} \times 100 - X_2 \right] \times \frac{0.205}{0.299} + X_2$$

$$= \frac{512.5 \times c \times V}{m_0} + 0.314 X_2 \dots\dots\dots (1)$$

式中： c ——硫酸铜标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V ——滴定中消耗的硫酸铜标准滴定溶液的体积，mL；

m_0 ——试料的质量，g；

X_2 ——5.2条测得的氨基三甲叉磷酸的含量，%；

0.299——与1.00 mL 硫酸铜溶液 [$c(\text{CuSO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氨基三甲叉磷酸的质
量；

0.205——与1.00 mL 硫酸铜溶液 [$c(\text{CuSO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的亚氨基二甲叉磷酸的
质量。

5.1.5 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0.7%。

5.2 氨基三甲叉磷酸的测定

5.2.1 方法提要

在pH≈10的介质中，氨基三甲叉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
滴定溶液，以铬黑T为指示剂，用EDTA标准滴定溶液滴定。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 氯化锌： $c(\text{ZnCl}_2)$ 约0.015 mol/L 标准滴定溶液。

5.2.2.2 乙二胺四乙酸二钠： $c(\text{EDTA})$ 约0.015 mol/L 标准滴定溶液。

5.2.2.3 氢氧化钠：8 g/L 溶液。

5.2.2.4 氨-氯化铵缓冲溶液，pH≈10。

5.2.2.5 中性红：1 g/L 60%乙醇溶液。

5.2.2.6 铬黑T：1 g/L 溶液。

5.2.3 分析步骤

移取20.00 mL 试液A，置于500 mL 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5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液，再用移液管加入20.00 mL 氯化锌标准滴定溶液，加
热至40℃~70℃。冷却至室温，加1~2滴铬黑T指示液、10 mL 水，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。

5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氨基三甲叉磷酸含量 X_2 按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{(c_2 V_2 - c_1 V_1) \times 0.299}{m_0 \times \frac{20}{500}} \times 100$$

$$= \frac{(c_2 V_2 - c_1 V_1) \times 747.5}{m_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中： c_2 ——氯化锌标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_2 ——加入的氯化锌标准滴定溶液体积，mL；

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_1 ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，mL；

m_0 ——试料质量，g；

0.299——与1.00 mL 氯化锌溶液 [$c(\text{ZnCl}_2) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氨基三甲叉磷酸的

质量。

5.2.5 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0.5%。

5.3 亚磷酸含量的测定

5.3.1 方法提要

在pH为7.0~7.5的条件下,碘将亚磷酸根氧化成磷酸根。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 五硼酸铵($\text{NH}_4\text{B}_5\text{O}_{10} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$):饱和溶液。

5.3.2.2 硫酸:1+3溶液。

5.3.2.3 硫代硫酸钠: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约0.1 mol/L标准滴定溶液。

5.3.2.4 碘: $c(1/2\text{I}_2)$ 约0.1 mol/L溶液。

5.3.2.5 可溶性淀粉:10 g/L溶液。

5.3.3 分析步骤

移取50.00 mL试液A,置于500 mL碘量瓶中,加入12 mL饱和五硼酸铵溶液,用移液管加入25.00 mL碘溶液,盖好瓶塞,于暗处放置10 min。加入10 mL硫酸溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加入1 mL~2 mL淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。操作时溶液温度不得低于20℃。

在另一500 mL碘量瓶中,加入50 mL水。与测定同时,按相同的步骤,加入同体积的所有试剂进行空白试验。

5.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚磷酸盐以(PO_3^{3-} 计)含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{c(V_0 - V) \times 0.0395}{m_0 \times \frac{50}{500}} \times 100$$

$$= \frac{39.5 \times c(V_0 - V)}{m_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V ——滴定中消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

m_0 ——试料质量, g;

0.0395——与1.00 mL硫代硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的亚磷酸根的质量。

5.3.5 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%。

5.4 磷酸含量的测定

5.4.1 方法提要

在酸性条件下,正磷酸根和钼酸铵反应生成黄色的磷钼杂多酸,用抗坏血酸还原成磷钼蓝,使用分光光度计,于最大吸收波长(710 nm)处测定吸光度。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 抗坏血酸:20 g/L溶液。

称取10 g抗坏血酸溶于约50 mL水中,加入0.20 g乙二胺四乙酸二钠及8 mL甲酸,用水稀释至500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,保存期15天。

5.4.2.2 钼酸铵:26 g/L溶液。

称取 13 g 钼酸铵溶于 200 mL 水中,加入 0.5 g 酒石酸锶钾和 120 mL 浓硫酸。冷却后用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中。

5.4.2.3 磷酸盐标准溶液:1 mL 含有 0.02 mg PO_4 。

按 GB/T 602 配制后,用移液管移取 20.00 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

5.4.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.4.3.1 分光光度计:带有厚度为 1 cm 的吸收池。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 工作曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中,分别加入 0(试剂空白溶液)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 磷酸盐标准溶液。分别加水至约 25 mL,各加 2.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。

使用分光光度计,用 1 cm 吸收池,在 710 nm 波长处,以水为参比测定吸光度。

从每个标准参比溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以磷酸根含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.4.4.2 测定

用移液管移取 2.0 mL 试液 A,置于 50 mL 容量瓶中,加水至约 25 mL。在另一个 50 mL 容量瓶中加入 25 mL 水作为空白试液。各加入 2.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。

使用分光光度计,用 1 cm 吸收池,在 710 nm 波长处,以水为参比测定吸光度。

5.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{2}{500}} \times 100$$

$$= \frac{25(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_1 ——根据测得的试液吸光度从工作曲线上查出的磷酸根的量,mg;

m_0 ——根据测得的空白试液吸光度从工作曲线上查出的磷酸根的量,mg;

m ——试料质量,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差值不大于 0.05%。

5.5 氯化物含量的测定

5.5.1 方法提要

在硝酸介质中,氯离子与硝酸银作用生成氯化银沉淀,使溶液混浊。与标准比浊溶液进行目视比浊。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 硝酸:1+3 溶液。

5.5.2.2 硝酸银:17 g/L 溶液。

5.5.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 含 0.1 mg Cl。

5.5.3 分析步骤

移取 1.00 mL 试液 A,置于 50 mL 比色管中,加入 1 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至 50 mL,摇匀,放置 2 min。所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备:用移液管移取氯化物标准溶液(优等品取 1.00 mL、一等品取 1.60 mL、合格

品取 2.40 mL),置于 50 mL 比色管中,与试液同时同样处理。

5.6 水分的测定

5.6.1 仪器、设备

5.6.1.1 称量瓶: d 50 mm×30 mm。

5.6.2 分析步骤

用预先于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥恒重的称量瓶称取约 2 g 试样,(精确至 0.000 2 g),于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重。

5.6.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分 X_5 按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_1 ——干燥前试料质量, g;

m_2 ——干燥后试料质量, g。

5.6.4 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%。

5.7 水不溶物含量的测定

5.7.1 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.7.1.1 坩埚式过滤器:滤板孔径 $5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$ 。

5.7.2 分析步骤

称取约 5 g 试样(精确至 0.000 2 g),加 100 mL 水,充分搅拌溶解。用预先于 $110^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥恒重的坩埚式过滤器过滤,用水洗涤 3~4 次,每次用水 25 mL。于 $110^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重。

5.7.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 X_6 按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中: m_2 ——坩埚和不溶物的质量, g;

m_1 ——坩埚的质量, g;

m_0 ——试料质量, g。

5.7.4 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 0.01%。

5.8 pH 值的测定

5.8.1 仪器、设备

5.8.1.1 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。

5.8.2 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,加水溶解,全部转移到 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。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 水处理剂氨基三甲叉磷酸(固体)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、等级、商标、批号或生产日期、净重、厂址及本标准编号。

6.2 每批出厂的水处理剂氨基三甲叉磷酸(固体)应附有质量合格证,内容包括:生产厂名、产品名称、

等级、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 水处理剂氨基三甲叉膦酸(固体)采用内衬聚乙烯塑料薄膜袋的铁桶包装。每桶净重 20 kg。

6.4 运输时要严防曝晒,贮存在通风干燥的库房里。

6.5 水处理剂氨基三甲叉膦酸(固体)的贮存期为十个月。

ICS 71.100.99
G 77
备案号:16299—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2841—2005
代替 HG/T 2841—1997



水处理剂 氨基三亚甲基膦酸

Water treatment chemicals-Amino trimethylene phosphonic acid

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由 HG/T 2841—1997《水处理剂 氨基三甲叉膦酸》修订而成。本标准与 HG/T 2841—1997 的主要差异为：

- 取消了原标准中等级的划分；
- 取消了原标准中钙螯合值指标；
- 将 pH 值(1%水溶液)“1.5~2.5”改为“ ≤ 2.0 ”；
- 增加了氨基三亚甲基膦酸含量指标；
- 增加了铁含量指标。

本标准自实施之日起同时代替 HG/T 2841—1997。

本标准由中华人民共和国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位：河南省济源市清源水处理有限责任公司、江苏江海化工有限公司、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：王志清、赵荣明、李琳、邵宏谦、朱传俊、白莹。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

本标准首次发布于 1989 年，1997 年第一次修订。

水处理剂 氨基三亚甲基膦酸

1 范围

本标准规定了水处理剂氨基三亚甲基膦酸(ATMP)的技术要求、试验方法以及标志、包装、运输和贮存。

该产品主要用作工业水处理中的阻垢剂、缓蚀剂。

分子式： $N(CH_2PO_3H_2)_3$

相对分子质量：299.0(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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 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(ISO 6353/1:1982, NEQ)

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

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(neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观：无色或微黄色透明液体。

3.2 水处理剂 氨基三亚甲基膦酸应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		指 标
活性组分(以 ATMP 计)/%	≥	50.0
氨基三亚甲基膦酸含量/%	≥	40.0
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量/%	≤	3.5
磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量/%	≤	0.8
氯化物(以 Cl^- 计)含量/%	≤	2.0
pH 值(10 g/L 水溶液)	≤	2.0
密度(20℃)/(g/cm ³)	≥	1.30
铁(以 Fe^{2+} 计)含量/(μg/g)	≤	20

4 试验方法

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—1992 中规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液及制品,在没有特殊注明时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

4.1 活性组分含量的测定

4.1.1 方法提要

在约 pH8.5 的介质中,有机磷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。

4.1.2 试剂和材料

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

4.1.2.2 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℃,降至室温时应有硼砂晶体析出。

4.1.2.3 紫脲酸铵:0.5 g 紫脲酸铵与 100 g 干燥的氯化钠研磨,混匀。

4.1.3 分析步骤

4.1.3.1 试液的制备

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

4.1.3.2 测定

用移液管移取 25 mL 试液 A,置于 200 mL 烧杯中。加水至约 100 mL,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,加适量紫脲酸铵指示剂,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。

4.1.4 分析结果的表述

活性组分含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM}{1\ 000\ m_0 \times 25/500} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定中消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,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_0 ——试料质量的数值,单位为克(g);

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

4.1.5 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%。

4.2 氨基三亚甲基磷酸含量的测定

4.2.1 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。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 氢氧化钠溶液:8 g/L。

4.2.2.2 氨-氯化铵缓冲溶液(甲):pH≈10。

4.2.2.3 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)$ 约 0.015 mol/L。

4.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.01 mol/L。

4.2.2.5 中性红指示液:1 g/L 60%乙醇溶液。

4.2.2.6 铬黑 T 指示液:溶解 0.5 g 铬黑 T 于 85 mL 三乙醇胺中,加入 15 mL 乙醇[95%(体积分数)]

混匀。

4.2.3 分析步骤

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

4.2.4 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:

$$w_2 = \frac{(V_2 c_2 - V_1 c_1) M}{1\,000 m_0 \times 20/500} \times 100 \quad (2)$$

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

m_0 ——试料质量的数值, 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。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

4.3 亚磷酸含量的测定

4.3.1 方法提要

在 pH 7.0~7.5 的条件下, 碘将亚磷酸根氧化成磷酸根, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 五硼酸铵($\text{NH}_4\text{B}_5\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$): 饱和溶液。

4.3.2.2 乙酸溶液: $c(\text{CH}_3\text{COOH})$ 约 6 mol/L。

4.3.2.3 碘标准溶液: $c(\text{I}/2\text{I}_2)$ 约 0.1 mol/L。

4.3.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L。

4.3.2.5 可溶性淀粉溶液: 10 g/L。

4.3.3 分析步骤

称取约 2 g 试样, 精确至 0.2 mg, 置于 500 mL 碘量瓶中。加入 50 mL 五硼酸铵饱和溶液, 用移液管加入 25 mL 碘标准溶液, 盖好瓶塞, 于暗处在(25±2)℃的水浴中放置 15 min, 加入 5 mL 乙酸溶液, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色时, 加入 1 mL~2 mL 淀粉指示液, 继续滴定至蓝色消失即为终点。同时做空白试验。

4.3.4 分析结果的表述

亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量以质量分数 w_3 计, 数值以%表示, 按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V_0 - V)c(M/2)}{1\,000 m} \times 100 \quad (3)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

V ——滴定中试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值, 单位为克(g);

M——亚磷酸根摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(*M*=79.0)。

4.3.5 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%。

4.4 磷酸含量的测定

4.4.1 方法提要

在酸性条件下,正磷酸盐和钼酸铵反应生成黄色的磷钼杂多酸,用抗坏血酸还原成磷钼蓝。使用分光光度计,于最大吸收波长(710 nm)处测定吸光度。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 抗坏血酸溶液:17.6 g/L。

称取 8.8 g 抗坏血酸溶于约 50 mL 水中,加入 0.10 g 乙二胺四乙酸二钠及 4 mL 甲酸,用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,保存期 15 天。

4.4.2.2 钼酸铵溶液:6 g/L。

称取 3 g 钼酸铵溶于 200 mL 水中,加入 0.1 g 酒石酸锑钾和 42 mL 浓硫酸,冷却后用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,保存期 15 天。

4.4.2.3 磷酸盐标准溶液:1 mL 含有 0.02 mgPO₄³⁻。

按 GB/T 602 配制后,用移液管移取 20.00 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

4.4.3 仪器、设备

一般实验室仪器。

分光光度计:带有厚度为 1 cm 的吸收池。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 校准曲线的绘制

在六个 50 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL(试剂空白溶液)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 磷酸盐标准溶液。分别加水至约 25 mL,各加 5.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。使用分光光度计,用 1 cm 吸收池,在 710 nm 波长处,以试剂空白调零测其吸光度。以磷酸根含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.4.4.2 测定

将试液 A 稀释 10 倍后取 5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中。加水至约 25 mL,加入 5.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。使用分光光度计,用 1 cm 吸收池,在 710 nm 波长处,以试剂空白调零测定吸光度。

4.4.5 分析结果的表述

磷酸(以 PO₄³⁻ 计)含量以质量分数 *w*₄ 计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/5\ 000} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

*m*₁——根据测得的试液吸光度从校准曲线上查出的磷酸根质量的数值,单位为毫克(mg);

*m*₀——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.4.6 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差值不大于0.05%。

4.5 氯化物含量的测定

4.5.1 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。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 氢氧化钠溶液:40 g/L。

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

4.5.2.3 酚酞指示剂:1 g/L 乙醇溶液。

4.5.3 仪器和设备

一般实验室仪器和

4.5.3.1 电位滴定仪。

4.5.3.2 双液型饱和甘汞电极。

4.5.3.3 银电极。

4.5.4 分析步骤

移取约5 g 试样,精确至0.2 mg。置于250 mL 烧杯中,加水100 mL。加入2滴酚酞指示剂,用氢氧化钠溶液调至溶液由无色刚好变为红色,放入搅拌子。将盛有试样的烧杯置于电磁搅拌器上,搅拌,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。

4.5.5 分析结果的表述

氯化物(以 Cl^- 计)含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(V - V_0)cM}{1\ 000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

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

4.5.6 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0.2%。

4.6 pH值的测定

4.6.1 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。

4.6.2 分析步骤

称取(1.00±0.01)g 试样,全部转移到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。

4.7 密度的测定

4.7.1 仪器、设备

4.7.1.1 密度计:分度值为0.001 g/cm³。

4.7.1.2 恒温水浴:温度控制在(20±0.1)℃。

4.7.1.3 玻璃量筒:250 mL 或 500 mL。

4.7.1.4 温度计:0℃~50℃,分度值0.1℃。

4.7.2 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℃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℃ 试样的密度。

4.8 铁含量的测定

4.8.1 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 pH 2~9 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(510 nm)处,用分光光度计测其吸光度。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 硫酸溶液:1+35。

4.8.2.2 氨水溶液:1+3。

4.8.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH=4.5。

4.8.2.4 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

溶解 10 g 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)于水中并稀释至 100 mL。

4.8.2.5 邻菲罗啉溶液:5 g/L。

溶解 0.5 g 盐酸邻菲罗啉(一水合物)($\text{C}_{12}\text{H}_9\text{ClN}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)于水中并稀释至 100 mL。

或将 0.42 g 邻菲罗啉(一水合物)($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶于含有 2 滴盐酸的 100 mL 水中。

此溶液储存在暗处,可稳定放置一周。

4.8.2.6 铁标准贮备溶液:1 mL 含有 0.1 mg Fe。

4.8.2.7 铁标准溶液:1 mL 含有 0.01 mg Fe。

移取 10 mL 铁标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,此溶液现用现配。

4.8.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

分光光度计:带有光程为 3 cm 的吸收池。

4.8.4 校准曲线的绘制

分别取 0 mL(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液于六个 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,加 0.50 mL 硫酸溶液调 pH 接近 2,加 2.0 mL 盐酸羟胺溶液,5.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,5.0 mL 邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,在分光光度计 510 nm 处,用 3 cm 吸收池,以试剂空白调零测其吸光度。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。

4.8.5 分析步骤

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.2 mg。置于 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,用硫酸溶液或氨水溶液调 pH 接近 2,加 2.0 mL 盐酸羟胺溶液,摇匀。加 5.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、5.0 mL 邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,在分光光度计 510 nm 处,用 3 cm 吸收池,以试剂空白调零测其吸光度。

4.8.6 分析结果的表述

铁(Fe)含量以 w_6 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 \times 10^3}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查出的试样中铁质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

4.8.7 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 $\mu\text{g/g}$ 。

5 检验规则

5.1 本标准表 1 规定的所有项目为出厂检验项目。

- 5.2 每批产品不超过 40 t。
- 5.3 水处理剂氨基三亚甲基膦酸应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期和本标准编号。
- 5.4 按 GB/T 6678 第 7.6 条的规定确定采样单元数。
- 5.5 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 1 000 mL,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。
- 5.6 按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。检验结果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进行核验,核验结果有一项指标不符合本标准的要求时,整批产品为不合格。
- 5.7 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、包装、运输、贮存

- 6.1 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,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净含量、本标准编号、厂址及 GB/T 191 规定的标志 3“向上”。
- 6.2 每批出厂的水处理剂氨基三亚甲基膦酸都应附有质量合格证。
- 6.3 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 25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净质量 200 kg。
- 6.4 运输时要严防暴晒,贮存在通风干燥的库房里。
- 6.5 水处理剂氨基三亚甲基膦酸的贮存期为十二个月。

前 言

本标准是对推荐性化工行业标准 HG/T 3263—1989《三氯异氰尿酸》修订而成。

本标准有效氯含量和水分的试验方法等效采用美国试验与材料协会标准 ASTM D 2022—89(1995年确认)《含氯漂白剂的取样和化学分析标准试验方法》，并增加了方法的允许差。

本标准与 HG/T 3263—1989 的主要差异为：

——取消了一等品。

——合格品有效氯含量指标由大于等于 85.0% 修改为大于等于 88.0%。

——pH 值(1%水溶液)优等品指标由 2.7~3.3 修改为 2.6~3.2, 并增加了合格品指标。

本标准自实施之日起, 同时代替 HG/T 3263—1989。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会归口。

本标准起草单位: 江苏北方氯碱集团徐州克维斯消毒剂有限公司。

本标准参加起草单位: 南宁化工股份有限公司、常州化工厂、河北冀衡集团有限公司。

本标准主要起草人: 周忠云、臧继放、王春玲。

本标准于 1989 年 5 月首次发布。

本标准委托全国化学标准化技术委员会有机分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

三氯异氰尿酸

HG/T 3263—2001

Trichloroisocyanuric acid

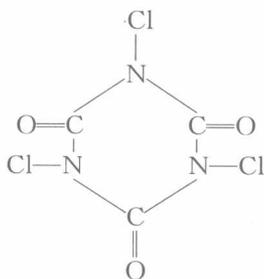
代替 HG/T 3263—1989

1 范围

本标准规定了二氯异氰尿酸的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全等。

本标准适用于由氰尿酸、烧碱、氯气为原料制得的三氯异氰尿酸。该产品主要用作漂白剂、杀菌消毒剂、羊毛防缩剂等。

结构式：



分子式： $C_3Cl_3N_3O_3$

相对分子质量：232.41(按 1997 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB 191—2000 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 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—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6679—1986 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:白色结晶粉末及各种形状成型品。

3.2 三氯异氰尿酸应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	优等品	合格品
有效氯(以 Cl 计)含量, %	≥ 90.0	≥ 88.0
水分, %	≤ 0.5	≤ 1.0
pH 值(1%水溶液)	2.6~3.2	

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均为分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

本标准中所用标准滴定溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

4.1 有效氯含量的测定

4.1.1 方法提要

试样在酸性介质中与碘化钾反应析出碘,以淀粉为指示剂用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,计算有效氯含量。

4.1.2 试剂和溶液

- a. 碘化钾。
- b. 硫酸溶液:1+5。
- c. 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。
- d. 淀粉指示液:5 g/L。

4.1.3 仪器

一般实验室仪器及磁力搅拌器。

4.1.4 分析步骤

称取试样约 0.15 g(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 碘量瓶中,加水 100 mL、碘化钾 3 g,混合。再加入硫酸溶液 20 mL,盖好瓶盖,在磁力搅拌器上避光搅拌约 5 min,用约 5 mL 水冲洗瓶塞和瓶内壁,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈微黄色时,加入 2 mL 淀粉指示液,继续滴定至溶液蓝色刚好消失为终点。

4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的有效氯(以 Cl 计)含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{Vc \times 0.03545}{m} \times 100 = \frac{Vc \times 3.545}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: V ——滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试样质量, g;

0.03545——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氯的质量。

4.1.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.3%。

4.2 水分的测定

4.2.1 方法提要

试样在 $(104 \pm 1)^\circ\text{C}$ 下恒温干燥 2 h,用重量法测定。

4.2.2 仪器

- a. 称量瓶:内径 50 mm,高 30 mm。
- b. 烘箱:控温精度:±1℃。
- c. 干燥器:内盛适当的干燥剂。

4.2.3 分析步骤

用已于(104±1)℃下烘干至恒重的称量瓶称取试样约 2 g(精确至 0.000 2 g),放入烘箱中,打开瓶盖,在(104±1)℃下烘干 2 h,盖好瓶盖,取出称量瓶,置于干燥器中冷却至室温(不得少于 30 min),称量。

注:烘箱温度超过 105℃,三氯异氰尿酸可能发生升华。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad (2)$$

式中: m_0 ——称取试样质量, g;

m_1 ——干燥前称量瓶及试样质量, g;

m_2 ——干燥后称量瓶及试样质量, g。

4.2.5 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.05%。

4.3 pH 值的测定

4.3.1 仪器、设备

- a. 酸度计:配有玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极或复合电极,分度值为 0.02 pH 单位。
- b. 磁力搅拌器。

4.3.2 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.1 g),置于 100 mL 烧杯中,加入 100 mL 无二氧化碳水,于磁力搅拌器上搅拌至完全溶解,用酸度计测定 pH 值。

4.3.3 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.1 pH 单位。

5 检验规则

5.1 本标准表 1 规定的所有项目均为型式检验项目,其中有效氯含量、水分为出厂检验项目,在正常情况下,每月至少进行一次型式检验。

5.2 以同等质量的产品为一批,每批产品不超过 20 t。

5.3 三氯异氰尿酸应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

5.4 按照 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定确定采样单元数。采样技术按 GB/T 6679—1986 中第 2 章规定进行。生产厂可在包装前采样,采样总量不少于 500 g。将采得的样品立即装入两个清洁干燥的双层塑料袋中,密封,贴上标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一袋用于检验,另一袋避光保存三个月备查。

5.5 检验结果按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍数量的包装单元中采样复验。复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

采用说明:

1] ASTM D 2022—89(1995)规定控温精度:±1.0℃。

6 标志、包装、运输、贮存

- 6.1 三氯异氰尿酸包装上应有牢固清晰的标志,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号,以及 GB 190 中规定的“氧化剂”、“腐蚀品”标志和 GB 191 中规定的“怕湿”标志。
- 6.2 二氯异氰尿酸用钙塑桶或塑料编织袋包装,内衬聚乙烯塑料薄膜袋。根据用户的要求确定包装单元的净含量,净含量的偏差应符合国家有关规定和要求。
- 6.3 三氯异氰尿酸在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮,禁止与酸或碱及易氧化的有机物共运。
- 6.4 三氯异氰尿酸应贮存在阴凉、干燥处,防止日晒、雨淋、受潮,禁止与酸或碱及易氧化的有机物共贮。

7 安全

- 7.1 三氯异氰尿酸是强氧化剂,与易燃物接触可能引发火灾。
- 7.2 三氯异氰尿酸为酸性腐蚀品,有刺激性气味,对眼睛、粘膜、皮肤等有灼伤危险,严禁与人体接触。如有不慎接触,则应及时用大量水冲洗,严重时送医院治疗。
- 7.3 操作人员应配戴防护眼镜、胶皮手套等劳动防护用品。
-

前 言

本标准是由化工行业标准HG/T 3537—1989《水处理剂 羟基乙叉二膦酸》修订而成。

本标准与HG/T 3537—1989的主要技术差异：

- 活性组分和密度指标由控制范围改为控制下限；
- 活性组分、磷酸、亚磷酸指标做了部分调整；
- 磷酸含量测定改为磷钼酸铵-抗坏血酸分光光度法；氯化物含量测定改为目视比浊法；
- 密度测定中取消了比重瓶法，保留了密度计法；
- 增加了钙螯合值指标和相应的试验方法。

本标准自实施之日起，同时代替HG/T 3537—1989。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位：化工部天津化工研究院、武进精细化工厂、南京化工大学武进水质稳定剂厂。

本标准主要起草人：黄家栩、常春华、汤建元。

本标准于1989年首次发布为专业标准，1998年转化为推荐性化工行业标准并重新进行编号。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3537—1999

水处理剂 羟基亚乙基二膦酸

代替 HG/T 3537—1989

Water treatment chemicals

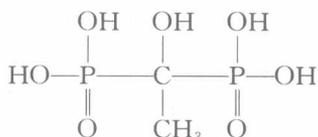
1-Hydroxyethylidene-1,1-diphosphonic acid

1 范围

本标准规定了水处理剂 羟基亚乙基二膦酸(原称:羟基乙叉二膦酸)的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

该产品主要用作工业水处理中的阻垢缓蚀剂。

结构式:



相对分子质量:206.03(按1995年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB 191—1990 包装储运图示标志
- GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)
- GB/T 603—1988 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—1989 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 6678—1986 化工产品采样总则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1986)

3 要求

3.1 外观:优等品为无色透明液体;一等品、合格品为无色或微黄色透明液体。

3.2 水处理剂 羟基亚乙基二膦酸应符合表1要求。

表 1

指 标 项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
活性组分,%	≥ 58.0	50.0	50.0
磷酸(以 PO ₄ ³⁻ 计)含量,%	≤ 0.5	0.8	1.0
亚磷酸(以 PO ₃ ³⁻ 计)含量,%	≤ 1.0	2.0	3.0

国家石油和化学工业局1999-04-20批准

2000-04-20实施

表 1(完)

指 标 项 目		指 标		
		优等品	一等品	合格品
氯化物(以Cl ⁻ 计)含量,%	≤	0.3	0.5	1.0
pH 值(1%水溶液)	≤	2	2	2
密度(20℃),g/cm ³	≥	1.40	1.34	1.34
钙螯合值,mg/g	≥	500	450	450

4 试验方法

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GB/T 6682规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、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之规定制备。

4.1 活性组分的测定

4.1.1 方法提要

羟基亚乙基二磷酸中含有有机磷酸、正磷酸和亚磷酸。加入硫酸和分解剂加热分解,均转变成正磷酸。加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、干燥、称量,计算总磷含量。减去正磷酸、亚磷酸相当的磷含量后计算出活性组分。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 硫酸溶液:1+4。

4.1.2.2 硝酸。

4.1.2.3 硝酸溶液:1+1。

4.1.2.4 过硫酸钾。

4.1.2.5 喹钼柠酮溶液。

制备:

溶液 I:称取70 g 钼酸钠,溶于150 mL 水中;

溶液 II:称取60 g 柠檬酸,溶于85 mL 硝酸(4.1.2.2)和150 mL 水的混合液中;

溶液 III:量取5 mL 喹啉,溶于35 mL 硝酸(4.1.2.2)和100 mL 水的混合液中。

在不断搅拌下,先将溶液 I 缓慢加入到溶液 II 中。再将溶液 III 缓慢加入到溶液 II 中。混匀,放置24 h,过滤。在滤液中加入280 mL 丙酮,用水稀释至1 000 mL,混匀。贮于棕色瓶或聚乙烯瓶中。

4.1.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

坩埚式过滤器:滤板孔径5 μm~15 μm。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试液的制备

称取4 g 试样(精确至0.000 2 g),加水溶解。全部转移至500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为试液 A,供测定活性组分、正磷酸、亚磷酸、氯化物含量用。

4.1.4.2 测定

移取10.00 mL 试液 A,置于400 mL 烧杯中。加入10 mL 硫酸溶液,0.5 g~0.7 g 过硫酸钾,盖上表面皿,置于可控电炉上缓慢加热至浓厚白烟几乎赶尽。溶液呈粘稠状,仔细观察刚有细微结晶出现时,即取下冷却(分解的全过程约为30 min)。加入100 mL 水,加热,待结晶溶解后,稍冷,加入15 mL 硝酸溶液(4.1.2.3)、50 mL 喹钼柠酮溶液。盖上表面皿,煮沸1 min,冷却至室温。冷却过程中摇动3~4次。

用预先于(180±5)℃下恒重的坩埚式过滤器以倾析法过滤。在烧杯中洗涤沉淀三次,每次用水15 mL,将沉淀全部转移至坩埚式过滤器中,继续用水洗涤,所用洗水共约150 mL,于(180±5)℃下干燥45 min,在干燥器冷却,称量,直至恒重。

4.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的总磷含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times 0.0140}{m_0 \times \frac{10}{500}} \times 100 = \frac{70 m_1}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_0 ——试料质量, g;

m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

0.0140——由磷钼酸喹啉换算成磷的系数。

以质量百分数表示的活性组分 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = (X_1 - X_3 \times 0.326 - X_4 \times 0.392) \times 3.32 \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_1 ——总磷含量;

X_3 ——4.2测得的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量;

0.326——磷酸根换算成磷的系数;

X_4 ——4.3测得的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量;

0.392——亚磷酸根换算成磷的系数;

3.32——磷换算成活性组分($\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2$)的系数。

4.1.6 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0.3%。

4.2 磷酸含量的测定

4.2.1 方法提要

在酸性条件下,正磷酸和钼酸铵反应生成黄色的磷钼杂多酸,用抗坏血酸还原成磷钼蓝,使用分光光度计,于最大吸收波长(710 nm)处测定吸光度。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 抗坏血酸溶液:20 g/L。

称取10 g抗坏血酸溶于约50 mL水中,加入0.20 g乙二胺四乙酸二钠及8 mL甲酸,用水稀释至500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,保存期15d。

4.2.2.2 钼酸铵溶液:26 g/L。

称取13 g钼酸铵溶于200 mL水中,加入0.5 g酒石酸锑钾和120 mL浓硫酸。冷却后用水稀释至500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中。保存期15天。

4.2.2.3 磷酸盐标准溶液:1 mL含有0.02 mg PO_4 。

按GB/T 602配制后,用移液管移取20.00 mL,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

4.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

分光光度计:带有厚度为1 cm的吸收池。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 工作曲线的绘制

在6个50 mL容量瓶中,分别加入0 mL(试剂空白溶液)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL磷酸盐标准溶液。分别加水至约25 mL,各加2.0 mL钼酸铵溶液、3.0 mL抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置10 min。

使用分光光度计,用1 cm 吸收池,在710 nm 波长处,以水为参比测定吸光度。

从每个标准参比溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以磷酸根含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.2.4.2 测定

用移液管移取1.00 mL 试液A,置于50 mL 容量瓶中,加水至约25 mL。在另一个50 mL 容量瓶中加入25 mL 水作为空白试液。各加入2.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置10 min。

使用分光光度计,用1 cm 吸收池,在710 nm 波长处,以水为参比测定吸光度。

4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{1}{500}} \times 100 = \frac{50(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——根据测得的试液吸光度从工作曲线上查出的磷酸根的量,mg;

m_0 ——根据测得的空白试液吸光度从工作曲线上查出的磷酸根的量,mg;

m ——试料质量,g。

4.2.6 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%。

4.3 亚磷酸含量的测定

4.3.1 方法提要

在pH为7.0~7.5的条件下,碘将亚磷酸根氧化成磷酸根。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 五硼酸铵饱和溶液($\text{NH}_4\text{B}_5\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)。

4.3.2.2 硫酸溶液:1+3。

4.3.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约0.1 mol/L。

4.3.2.4 碘溶液: $c(\frac{1}{2}\text{I}_2)$ 约0.1 mol/L。

4.3.2.5 可溶性淀粉溶液:10 g/L。

4.3.3 分析步骤

移取25.00 mL 试液A,置于250 mL 碘量瓶中,加入12 mL 饱和五硼酸铵溶液。用移液管加入25.00 mL 碘溶液,立即盖好瓶塞,于暗处放置10 min~15 min。加入15 mL 硫酸溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,溶液呈浅黄色时,加入1 mL~2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。

以25 mL 水代替试液,加入相同体积的所有试剂,按相同的步骤进行空白试验。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(V_0 - V)c \times 0.0395}{m \times 20/500} \times 100$$

$$= \frac{(V_0 - V)c \times 79.1}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中: V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

V ——滴定中消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

m ——试料质量,g;

0.039 5——与1.00 mL 硫代硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的亚磷酸根的质量。

4.3.5 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0.1%。

4.4 氯化物含量的测定

4.4.1 方法提要

在硝酸介质中,氯离子与硝酸银作用生成氯化银沉淀,使溶液混浊。与标准比浊溶液进行目视比浊。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 硝酸溶液:1+3;

4.4.2.2 硝酸银溶液:17 g/L;

4.4.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 含0.1 mg Cl。

4.4.3 分析步骤

移取1.00 mL 试液A,置于50 mL 比色管中,加入1 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至50 mL,摇匀,放置2 min。所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备:用移液管移取氯化物标准溶液(优等品取0.24 mL、一等品取0.40 mL、合格品取0.80 mL),置于50 mL 比色管中,与试液同时同样处理。

4.5 pH值的测定

4.5.1 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。

4.5.2 分析步骤

称取 (1.00 ± 0.01) g 试样,全部转移到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。

4.6 密度的测定

4.6.1 仪器、设备

4.6.1.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm^3 ;

4.6.1.2 恒温水浴:可控制在 $(20 \pm 0.1) \text{ C}$;

4.6.1.3 玻璃量筒:250 mL;

4.6.1.4 温度计: $0 \sim 50 \text{ C}$,分度值为 0.1 C 。

4.6.2 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 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 C 试样的密度。

4.7 钙螯合值的测定

4.7.1 方法提要

钙螯合值(mg/g)系指每克试样螯合的碳酸钙的毫克数。在试液中加入碳酸钠。滴加氢氧化钠溶液维持溶液的pH值为11。用钙标准溶液滴定至出现的混浊不消失。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 碳酸钠溶液:20 g/L。

4.7.2.2 氢氧化钠溶液:40 g/L。

4.7.2.3 氢氧化钾溶液:200 g/L。

4.7.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.05 mol/L 。

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

4.7.2.6 钙标准滴定溶液:1 mL 约含10.0 mg Ca。

a. 配制:称取24.7 g 无水乙酸钙,用水溶解,稀释到1 000 mL。

b. 标定:移取5.00 mL 钙标准溶液,置于250 mL 锥形瓶中,加30 mL 水、5 mL 氢氧化钾溶液、约0.1 g 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:

以mg/mL 表示的Ca 的浓度 c_1 按式(5)计算:

$$c_1 = \frac{Vc \times 0.040 \times 10^3}{5} \dots\dots\dots (5)$$

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, mL;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.040——与1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的钙的质量。

4.7.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

4.7.3.1 酸度计:配有饱和甘汞参比电极和玻璃测量电极或复合电极;

4.7.3.2 电磁搅拌器:配有搅拌子。

4.7.4 分析步骤

称取约1.5 g 试样(精确至0.01 g),置于250 mL 烧杯中,加入100 mL 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10 mL 碳酸钠溶液。将电极插入到溶液中,滴加氢氧化钠溶液至pH 为11。提起电极,加水至150 mL,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。

4.7.5 分析结果的表述

以mg/g 表示的钙整合值 X_5 按式(6)计算:

$$X_5 = \frac{2.50 \times c_1 V}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中: c_1 ——钙标准滴定溶液的实际浓度, mg/mL;

V ——滴定中消耗的钙标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料质量, g;

2.50——钙换算成碳酸钙的系数。

4.7.6 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10 mg/g。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部项目为出厂检验项目,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。

5.2 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。

5.3 每批产品应不超过5 t。

5.4 按GB/T 6678—86 中6.6 的规定确定采样单元数。

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1 000 mL。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。

5.5 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,整批产品不能验收。

5.6 采用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 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 水处理剂羟基亚乙基二磷酸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、等级、商标、批号或生产日期、净重、厂址及GB 191规定的“向上”标志。

6.2 每批出厂的水处理剂羟基亚乙基二磷酸应附有质量合格证,内容包括:生产厂名、产品名称、等级、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

6.3 水处理剂羟基亚乙基二磷酸采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净重25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净重200 kg。

6.4 运输时防止曝晒,贮存在通风干燥的库房里。

6.5 水处理剂羟基亚乙基二磷酸的贮存期为一年。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3538—2003
代替 HG/T 3538—1989

水处理剂 乙二胺四亚甲基膦酸钠 (EDTMPS)

Water treatment chemical—Sodium ethylene diamine
tetramethylene phosphonate

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由化工行业标准 HG/T 3538—1989《水处理剂 乙二胺四甲叉膦酸钠》修订而成。

本标准与 HG/T 3538—1989 相比主要变化如下：

- 取消等级的划分；
- 有机磷的测定改为称量法和分光光度法；
- 正磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量的测定改为分光光度法；
- 亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量的测定仍采用容量法,但分析步骤有变化。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 3538—1989。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准起草单位:常州江海化工厂、武进红光化工厂、常州东吴化工厂、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:朱传俊、赵荣明、何晓琴、吴一峰、李琳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- ZB/T G71 004—1989,于 1999 年转化为 HG/T 3538—1989。

水处理剂

乙二胺四亚甲基膦酸钠(EDTMPS)

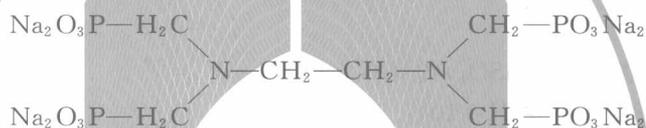
1 范围

本标准规定了水处理剂乙二胺四亚甲基膦酸钠(EDTMPS)产品的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于以乙二胺、甲醛、三氯化磷制得的乙二胺四亚甲基膦酸钠。该产品主要用于水处理的阻垢、缓蚀使用。

分子式: $C_6H_{12}O_{12}N_2P_4Na_8$

结构式:



相对分子质量: 612.0(按 2000 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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 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(ISO 6353-1:1982, NEQ)
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982, NEQ)
- GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 技术要求

3.1 外观:黄棕色透明液体。

3.2 水处理剂乙二胺四亚甲基膦酸钠应符合表 1 的要求。

表 1

名 称	指 标
活性组分(以乙二胺四亚甲基膦酸钠计)含量/%	≥ 28.0
有机磷(以 PO_4^{3-} 计)含量/%	≥ 10.0
磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量/%	≤ 1.0
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量/%	≤ 5.0
氯化物(以 Cl^- 计)含量/%	≤ 3.0
乙二胺含量/%	≤ 0.03
pH(1%水溶液)	9.5~10.5
密度(20℃)/(g/cm ³)	≥ 1.25

4 试验方法

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、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 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

4.1 活性组分(以乙二胺四亚四基磷酸钠计)的测定

4.1.1 方法提要

在 pH=10 的缓冲溶液中,乙二胺四亚甲基磷酸钠与铜离子生成稳定络合物,以紫脲酸铵作指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液滴定。

反应式:



4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 水:GB/T 6682,三级。

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

4.1.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液(甲):pH=10。

4.1.2.4 紫脲酸铵:取 1 g 紫脲酸铵与 100 g 氯化钠研细,混匀。

4.1.3 分析步骤

4.1.3.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样(精确至 0.2 mg)置于 250 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。此为试液 A,供测定活性组分、亚磷酸盐、氯离子用。

4.1.3.2 测定

移取 20.00 mL 试液 A 于 250 mL 锥形瓶中,加 20 mL 水,加 1 mL 氨-氯化铵缓冲溶液及少量紫脲酸铵,溶液呈红色。用硫酸铜标准滴定溶液滴定至溶液由红色突变为亮绿色或黄色为终点。

4.1.4 结果计算

活性组分(以乙二胺四亚甲基磷酸钠计)含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\ 000)cM}{m \times 20/250} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

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);

V ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——乙二胺四亚甲基磷酸钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=612.0$)。

4.1.5 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 0.50%。

4.2 有机磷含量的测定

4.2.1 称量法(仲裁法)

4.2.1.1 方法提要

乙二胺四亚甲基磷酸钠以及其中所含有的正磷酸和亚磷酸,经加入硫酸和分解剂加热分解,均转变成正磷酸。加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、干燥、称量,计算总磷含量。减去正磷酸、亚磷酸相当的磷含量后即有机磷含量。

4.2.1.2 试剂和材料

- 4.2.1.2.1 水:GB/T 6682,三级水。
 4.2.1.2.2 硝酸。
 4.2.1.2.3 过硫酸铵。
 4.2.1.2.4 无水硫酸钠。
 4.2.1.2.5 柠檬酸。
 4.2.1.2.6 钼酸钠。
 4.2.1.2.7 丙酮。
 4.2.1.2.8 喹啉(不含还原剂)。
 4.2.1.2.9 硫酸溶液:1+4。
 4.2.1.2.10 硝酸溶液:1+1。
 4.2.1.2.11 过硫酸铵-硫酸钠分解剂。

将 8 g 过硫酸铵和 42 g 无水硫酸钠于瓷研钵中研细混匀,装入带磨口塞的玻璃瓶中。

- 4.2.1.2.12 喹钼柠檬酮溶液。

溶液 I:称取(70.00±0.01)g 钼酸钠,溶于 150 mL 水中。

溶液 II:称取(60.00±0.01)g 柠檬酸,溶于 85 mL 硝酸和 150 mL 水的混合液中。

溶液 III:量取 5 mL 喹啉,溶于 35 mL 硝酸(4.2.1.2.2)和 100 mL 水的混合液中。

在不断搅拌下,先将溶液 I 缓慢加入到溶液 II 中。再将溶液 III 缓慢加入到溶液 II 中。混匀,放置 24 h,用坩埚式过滤器过滤。在滤液中加入 280 mL 丙酮,用水稀释至 1 000 mL,混匀,贮于棕色瓶或聚乙烯瓶中。

- 4.2.1.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

- 4.2.1.3.1 恒温水浴。
 4.2.1.3.2 可控电炉:500 W。
 4.2.1.3.3 恒温电热干燥箱:温度可控制在(180±5)℃。
 4.2.1.3.4 坩埚式过滤器:滤板孔径 5 μm~15 μm。
 4.2.1.3.5 真空泵。
 4.2.1.3.6 抽滤瓶:1 000 mL。

- 4.2.1.4 分析步骤

移取 5.00 mL 试液 A,置于 300 mL 烧杯中。加入 10 mL 硫酸溶液,2.5 g 过硫酸铵-硫酸钠分解剂,盖上表面皿,置于可控电炉上缓慢加热至浓厚白烟几乎赶尽。溶液呈黏稠状,仔细观察刚有细微结晶出现时,即取下冷却(分解的全过程约为 30 min)。加入 100 mL 水,加热,待结晶溶解后,稍冷,加入 10 mL 硝酸溶液、50 mL 喹钼柠檬酮溶液。盖上表面皿,置于沸水浴或电热板上加温至(90±2)℃,放置 30 min。冷却至室温。冷却过程中摇动 3~4 次。然后用预先于(180±5)℃下恒量的坩埚式过滤器抽滤。用倾泻法洗涤六次,每次用水 25 mL~30 mL,将沉淀全部转移至坩埚式过滤器中,继续用水洗涤,所用洗水共约 150 mL。将沉淀于(180±5)℃下干燥 45 min,在干燥器冷却至室温,称量,直至恒量。

同时进行空白试验,除试验溶液以同体积水代替外,其他操作手续与试剂和测定时相同。

- 4.2.1.5 结果计算

有机磷含量以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$\begin{aligned}
 w_2 &= \frac{(m_1 - m_2) \times 0.04292}{m_0 \times 5/500} \times 100 - w_4 - w_5 \times 1.20 \\
 &= \frac{(m_1 - m_2) \times 140}{m_0} - w_4 - w_5 \times 1.20 \dots\dots\dots (2)
 \end{aligned}$$

式中:

m_1 ——测定时生成磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——空白试验时生成磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);

0.042 92——由磷钼酸喹啉质量换算成磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)质量的系数;

w_4 ——磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)的质量分数,数值以%表示;

w_5 ——亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)的质量分数,数值以%表示;

1.20——亚磷酸盐(以 PO_3^{3-} 计)换算成磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)的系数;

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.2.1.6 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0.50%。

4.2.2 分光光度法

4.2.2.1 方法提要

在酸性介质中,有机磷经过硫酸钾分解氧化成磷酸,亚磷酸亦氧化成磷酸。利用钼酸铵、酒石酸锑钾和磷酸反应生成锑磷钼酸络合物,以抗坏血酸还原为“锑磷钼蓝”,用分光光度法测定其总磷含量(以 PO_4^{3-} 计),然后再减去磷酸(以 PO_4^{3-} 计)和亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)的含量,计算出有机磷含量。

4.2.2.2 试剂和材料

4.2.2.2.1 硫酸。

4.2.2.2.2 甲酸。

4.2.2.2.3 乙二胺四乙酸二钠。

4.2.2.2.4 酒石酸锑钾。

4.2.2.2.5 硫酸溶液:1+35。

4.2.2.2.6 钼酸铵溶液:26 g/L。

称取13.0 g钼酸铵,溶于约200 mL水中,加入0.5 g酒石酸锑钾及120 mL硫酸,冷却后稀释至500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,备用,保存期为两个月。

4.2.2.2.7 抗坏血酸溶液:20 g/L。

称取10.0 g抗坏血酸溶于约200 mL水中,加入0.20 g乙二胺四乙酸二钠及8 mL甲酸,用水稀释至500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,备用,保存期为15 d。

4.2.2.2.8 过硫酸钾溶液:40 g/L。

称取4.0 g过硫酸钾于100 mL容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液贮存于棕色瓶中,保存期一个月。

4.2.2.2.9 磷酸盐标准贮备溶液:1 mL含有0.100 mg PO_4^{3-} 。

4.2.2.2.10 磷酸盐标准溶液:1 mL含有20 μg PO_4^{3-} ,供绘制校准曲线使用。

吸取20 mL磷酸盐标准贮备溶液于100 mL容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀,备用。

4.2.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

4.2.2.3.1 分光光度计:波长范围400 nm~800 nm。

4.2.2.3.2 比色皿:1 cm,3 cm。

4.2.2.3.3 可调电炉:800 W。

4.2.2.4 分析步骤

4.2.2.4.1 试验溶液的制备

称取约0.5 g试样(精确至0.2 mg)置于250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此为试液B。

移取10.00 mL试液B于500 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,此为试液C。

4.2.2.4.2 校准曲线的绘制

取5个50 mL容量瓶,依次加入0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL磷酸盐标准溶

液,分别加入 20 mL 水、2.0 mL 钼酸铵及 3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在 25℃~30℃下放置 10 min,用 1 cm 比色皿,于 710 nm 波长处,以试剂空白为参比测其吸光度。

以 PO_4^{3-} 毫克数为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

4.2.2.4.3 总磷含量的测定

移取 5.00 mL 试液 C 于 100 mL 锥形瓶中,加入 1 mL 硫酸溶液,5 mL 过硫酸钾溶液,加水至约 40 mL,煮沸约 15 min(勿煮干),取下冷却至室温,定量转移至 50 mL 容量瓶中,以下按 4.2.2.4.2 步骤从“分别加入 20 mL 水……”开始至测其吸光度。

4.2.2.5 结果计算

有机磷含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$\begin{aligned} w_3 &= \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 \times 10/250 \times 5/500} \times 100 - w_4 - w_5 \times 1.20 \\ &= \frac{m_1 \times 250}{m_0} - w_4 - w_5 \times 1.20 \dots\dots\dots (3) \end{aligned}$$

式中:

m_1 ——从标准曲线上查得的磷酸盐质量的数值,单位为毫克(mg);

w_4 ——磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)的质量分数,数值以%表示;

w_5 ——亚磷酸盐(以 PO_3^{3-} 计)的质量分数,数值以%表示;

1.20——亚磷酸盐(以 PO_3^{3-} 计)换算成磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)的系数;

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.2.2.6 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 0.50%。

4.3 磷酸盐含量的测定

4.3.1 方法提要

磷酸与钼酸铵、酒石酸锑钾反应生成锑磷钼酸络合物,以抗坏血酸还原为“锑磷钼蓝”,用分光光度法测其含量。

4.3.2 试剂和材料

按 4.2.2.2 的规定。

4.3.3 仪器、设备

按 4.2.2.3 的规定。

4.3.4 分析步骤

移取 1 mL~5 mL 试液 B 于 50 mL 容量瓶中。以下按 4.2.2.4.2 步骤从“分别加入 20 mL 水……”开始至测其吸光度。

4.3.5 结果计算

磷酸盐(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$\begin{aligned} w_4 &= \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 V/250} \times 100 \\ &= \frac{m_1 \times 25}{m_0 V} \dots\dots\dots (4) \end{aligned}$$

式中:

m_1 ——从标准曲线上查得的磷酸盐质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g);

V ——移取试液 B 体积的数值,单位为毫升(mL)。

4.3.6 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 0.10%。

4.4 亚磷酸含量的测定

4.4.1 原理

在硼酸铵存在下,控制 pH 为 7.2~7.5 左右,使用过量碘氧化亚磷酸为磷酸,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量碘。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 五硼酸铵饱和溶液。

4.4.2.2 甲基红指示液:1 g/L 乙醇溶液。

4.4.2.3 碘溶液: $c\left(\frac{1}{2}I_2\right)$ 约 0.1 mol/L。

4.4.2.4 硫酸溶液:1+3。

4.4.2.5 硫酸溶液:1+9。

4.4.2.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3)$ 约 0.1 mol/L。

4.4.2.7 淀粉指示液:5 g/L。

4.4.3 分析步骤

移取 25.00 mL 试液 A 于 250 mL 碘量瓶中,加 2 滴甲基红指示液,加(1+9)硫酸溶液 0.5 mL,加入 12 mL 饱和五硼酸铵溶液,移取 25.00 mL 碘溶液加入碘量瓶中,加塞,摇匀,于暗处放置 10 min(控制温度 20℃~28℃)。然后加入(1+3)硫酸溶液 10 mL,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至近终点时,加入 2 mL 淀粉指示液,继续滴定至溶液由蓝色突变为红色为终点。

同时做空白试验。

4.4.4 结果计算

亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量以质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{[(V_0 - V)/1\ 000]cM}{m_0 \times 25/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——亚磷酸根(PO_3^{3-})的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=39.49$)。

4.4.5 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 0.50%。

4.5 氯化物(以 Cl^- 计)含量的测定

4.5.1 方法提要

在酸性介质中,氯离子与硝酸银反应生成氯化银沉淀,使溶液浑浊。与标准比浊溶液进行目视比浊。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 硝酸溶液:1+3。

4.5.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

4.5.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 含有 0.1 mg Cl。

4.5.3 分析步骤

标准比浊溶液的制备:移取氯化物标准溶液 2.40 mL 于 50 mL 比色管中,加入 1 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至 50 mL,摇匀,放置 2 min。

移取 1.00 mL 试液 A 于 50 mL 比色管中,与标准比浊溶液同时同样处理。比较其浊度变化。

4.6 乙二胺含量的测定

4.6.1 方法提要

在强碱性条件下,残留乙二胺将游离出来,而其他酸性组分将以盐的形式而存在。用蒸馏的方法将游离乙二胺蒸出,再用盐酸标准滴定溶液滴定。

反应式:



4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 氢氧化钠溶液:40 g/L。

4.6.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$ 。

4.6.2.3 甲基红指示液:1 g/L 乙醇溶液。

4.6.3 仪器和设备

一般实验室仪器和

蒸馏器:500 mL。

4.6.4 分析步骤

称量 10.000 g 试样(精确到 0.001 g)。加 100 mL 水,用氢氧化钠溶液调节 pH 至 13 左右即进行蒸馏。控制加热温度,使蒸汽温度不超过 118℃,蒸馏速度每分钟约 1 mL。待溶液蒸干,蒸汽温度下降,停止蒸馏。馏出物中加入 2 滴甲基红指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为红色为终点。

4.6.5 结果计算

乙二胺(以 $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$ 计)含量以质量分数 w_6 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(V/1\ 000)cM}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

V ——滴定时消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——乙二胺的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=30.06$)。

4.6.6 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 0.20%。

4.7 pH 值的测定

4.7.1 仪器、设备

4.7.1.1 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。

4.7.1.2 磁力搅拌器。

4.7.2 分析步骤

称取(1.00±0.01)g 试样,全部转移到 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。

4.8 密度的测定

4.8.1 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。

4.8.2 仪器、设备

4.8.2.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm³。

4.8.2.2 恒温水浴:可控制在(20±1)℃。

4.8.2.3 玻璃量筒:250 mL。

4.8.2.4 温度计:0℃~50℃。分度值为1℃。

4.8.3 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±1)℃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。

5 检验规则

5.1 水处理剂乙二胺四亚甲基磷酸钠应由生产厂的质量检验部门按照本标准规定的试验方法和检验规则对产品质量进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

5.2 每批出厂的产品都应附有质量说明书,内容包括生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、净含量、产品质量符合本标准的证明书及本标准编号。

5.3 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行质量检验,核实其质量是否符合本标准的要求。

5.4 水处理剂乙二胺四亚甲基磷酸钠每批不少于2 t。

5.5 采样时,用玻璃管或塑料管插入桶深2/3处取出样品,取出样品不得少于500 mL,分别装入两个清洁、干燥的瓶中,密封瓶口,并在瓶上贴标签,注明生产厂名称、产品名称、产品批号、采样日期,一瓶供检验用,另一瓶保存六个月备查。

5.6 如果检验结果中有一项不符合本标准要求时,应加倍抽取样品重新检验,检验结果有一项不符合本标准要求时,整批产品拒收。

5.7 当供需双方因产品质量发生异议时,可按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

5.8 按GB/T 1250规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、标签和包装

6.1 水处理剂乙二胺四亚甲基磷酸钠的包装上应附有产品合格证书,其内容包括产品名称、生产厂名称、指标、批号、净含量、生产日期及本标准编号。

6.2 外包装容器上应涂刷GB/T 191中规定的“向上”标志。

6.3 水处理剂乙二胺四亚甲基磷酸钠的包装采用聚乙烯塑料桶包装。桶包装时加内盖密封,每桶净含量25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净含量200 kg。

6.4 贮存时不要暴晒,有效贮存期半年。运输时应避免撞击以免泄露。

ICS 71.100.80;13.060
G 77
备案号:13189—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3541—2003
代替 HG/T 3541—1990



2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由化工行业标准 HG/T 3541—1990《水处理剂 结晶氯化铝》修订而成。

本标准与 HG/T 3541—1990 相比主要变化如下：

——增加了对生产原料的规定，只允许使用工业合成盐酸作为原料；

——增加了 Cd、Hg、Cr⁶⁺ 等指标。

本标准自实施之日起，同时代替 HG/T 3541—1990。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准起草单位：南票矿务局化工厂、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：宋占国、聂广宝、邵宏谦。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——ZB G77 001—1990，1999 年转化为 HG/T 3541—1990。

水 处 理 剂

结 晶 氯 化 铝

1 范围

本标准规定了水处理剂结晶氯化铝的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于水处理剂结晶氯化铝。该产品主要用于饮用水和工业水、废水及污水的处理,同时用于精密铸造行业。其中所用原料盐酸应采用工业合成盐酸。

分子式: $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 241.43(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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(neq ISO 6353-1:1982)

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 610.1—1988 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 610.2—1988 化学试剂 砷测定通用方法(二乙基二硫代氨基甲酸银法)

GB/T 6678—1986 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(neq ISO 3696:1987)

3 技术要求

3.1 外观:橙黄色或浅黄色晶体。

3.2 水处理剂 结晶氯化铝应符合表 1 要求。

表 1

名 称		指 标	
		一 等 品	合 格 品
结晶氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)含量/%	\geq	95.0	88.5
铁(Fe)含量/%	\leq	0.10	1.1
不溶物含量/%	\leq	0.10	0.10
pH 值(1%水溶液)	\geq	2.5	2.5
砷(As)含量/%	\leq	0.000 5	0.000 5
铅(Pb)含量/%	\leq	0.002	0.002
镉(Cd)含量/%	\leq	0.000 5	0.000 5
汞(Hg)含量/%	\leq	0.000 01	0.000 01
六价铬(Cr^{+6})含量/%	\leq	0.000 5	0.000 5

4 试验方法

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

安全提示 本标准所使用的强酸具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

4.1 结晶氯化铝含量的测定

4.1.1 方法提要

试样中的铝与已知过量的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)络合。在 pH 约为 6 时,以二甲酚橙为指示剂,用氯化锌标准滴定溶液回滴过量的 EDTA。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 水:GB/T 6682,三级。

4.1.2.2 乙酸钠溶液:272 g/L。

4.1.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约 0.05 mol/L。

4.1.2.4 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)$ 约 0.02 mol/L。

4.1.2.5 二甲酚橙溶液:2 g/L。

4.1.3 分析步骤

称取约 3 g 试样,精确至 0.2 mg。置于 100 mL 烧杯中,加水溶解。全部转移到 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取 10.00 mL 此试验溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 20.00 mL EDTA 标准滴定溶液,煮沸 1 min。冷至室温,加 5 mL 乙酸钠溶液和 2 滴二甲酚橙指示液。用氯化锌标准滴定溶液滴定,溶液由黄色变为橙红色即为终点。

4.1.4 结果计算

结晶氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_1/1\ 000)c_1 - (V_2/1\ 000)c_2]M}{m_0 \times 10/250} \times 100 - 4.323 w_2 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——滴定中消耗的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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

w_2 ——按 4.2 测出的铁(Fe)含量的质量分数, %;

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——结晶氯化铝摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=241.43$);

4.323——铁(Fe)换算成结晶氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)的系数。

4.1.5 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 0.3%。

4.2 铁含量的测定

4.2.1 方法提要

用抗坏血酸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(510 nm)处,用分光光度计测其吸光度。

4.2.2 试剂和材料

- 4.2.2.1 水:GB/T 6682,三级。
 4.2.2.2 硫酸溶液:1+35。
 4.2.2.3 盐酸溶液:1+1。
 4.2.2.4 氨水溶液:1+3。
 4.2.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH=4.5。
 4.2.2.6 抗坏血酸溶液:20 g/L。

称取 10.0 g 抗坏血酸溶于约 200 mL 水中,加入 0.20 g 乙二胺四乙酸二钠及 8 mL 甲酸,用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,备用,保存期为 15 d。

- 4.2.2.7 邻菲罗啉溶液:2 g/L。

溶解 0.5g 邻菲罗啉氯化物(一水合物)($C_{12}H_9ClN_2 \cdot H_2O$)于水中并稀释至 100 mL。或将 0.42 g 邻菲罗啉(一水合物)($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)溶于含有二滴盐酸的 100 mL 水中。此溶液储存在暗处,可稳定放置一周。

- 4.2.2.8 铁标准储备溶液:1 mL 含有 0.100 mg Fe。
 4.2.2.9 铁标准溶液:1 mL 含有 0.010 mg Fe,取铁标准储备溶液稀释 10 倍,只限当日使用。

4.2.3 仪器

一般实验室用仪器和

分光光度计:带有厚度为 0.5 cm 的吸收池。

4.2.4 校准曲线的绘制

分别取 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液于七个 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,加 0.50 mL 硫酸溶液调 pH 接近 2,加 3.0 mL 抗坏血酸溶液,10.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,5.0 mL 邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,用分光光度计于 510 nm 处,以试剂空白调零测其吸光度。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。

4.2.5 分析步骤

4.2.5.1 试验溶液的制备

称取约 3 g 试样(精确至 0.01 g)。置于 250 mL 烧杯中,加 2 mL 盐酸溶液及 100 mL 水,加热煮沸 5 min。冷却后全部移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.2.5.2 空白试验溶液的制备

在 250 mL 烧杯中加入 100 mL 水及 2 mL 盐酸溶液,加热煮沸 5 min。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.2.5.3 测定

用移液管移取适量体积的试验溶液和相应的空白试验溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中。加水至约 40 mL,用氨水溶液或硫酸溶液调 pH 接近 2,加 3.0 mL 抗坏血酸溶液,10.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,5.0 mL 邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,用分光光度计于 510 nm 处,以试剂空白调零测其吸光度。

4.2.6 结果计算

铁(Fe)含量以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0 (V/500)} \times 100$$

$$= \frac{50m_1}{m_0 V} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度,从校准曲线上查出的铁含量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g);

V ——所取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

4.2.7 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:一等品不大于0.01%;合格品不大于0.05%。

4.3 不溶物含量的测定

4.3.1 试剂和材料

4.3.1.1 水:GB/T 6682,三级。

4.3.1.2 硝酸银溶液:10 g/L。

4.3.2 仪器

坩埚式过滤器:滤板孔径为5 μm ~15 μm 。

4.3.3 分析步骤

称取约10 g试样(精确至0.01 g),置于250 mL烧杯中。加2 mL盐酸溶液和100 mL水,加热溶解。趁热用已于105℃~110℃下干燥至恒量的坩埚式过滤器过滤。用热水洗涤至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。于105℃~110℃下干燥至恒量。

4.3.4 结果计算

不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——坩埚式过滤器质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——不溶物与坩埚式过滤器质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.3.5 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0.01%。

4.4 pH值的测定

4.4.1 仪器、设备

酸度计:分度值为0.1 pH单位,配有玻璃电极和饱和甘汞电极。

4.4.2 分析步骤

称取(1.00±0.01)g试样,置于100 mL烧杯中。加约50 mL不含二氧化碳的水溶解。全部移入100 mL容量瓶中,用不含二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。用酸度计测量pH值。

4.5 砷含量的测定

4.5.1 DDTc银法(仲裁法)

4.5.1.1 方法提要

在酸性介质中,将砷还原成砷化氢气体,用二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液吸收砷化氢气体,形成紫红色物质,在510 nm处测其吸光度。

4.5.1.2 试剂和材料

4.5.1.2.1 无砷锌。

4.5.1.2.2 三氯甲烷。

4.5.1.2.3 硫酸溶液:1+1。

4.5.1.2.4 碘化钾溶液:150 g/L。

4.5.1.2.5 氯化亚锡盐酸溶液。

将40 g氯化亚锡溶于100 mL盐酸中,保存时可加入几粒金属锡,贮于棕色瓶中。

4.5.1.2.6 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液。

称取 1.0 g 二乙基二硫代氨基甲酸银, 研碎后, 边研磨边加入 100 mL 三氯甲烷。然后加入 18 mL 三乙基胺, 再用三氯甲烷稀释至 1 000 mL, 摇匀。静置过液。用脱脂棉过滤, 保存于棕色瓶中, 置冰箱中保存。

4.5.1.2.7 砷标准储备溶液: 1.00 mL 含有 0.1 mg As。

4.5.1.2.8 砷标准溶液: 1.00 mL 含有 0.001 mg As。

移取 10.00 mL 砷标准贮备液于 100 mL 容量瓶中, 加 1 mL 盐酸溶液, 用水稀释至刻度, 混匀, 临用时移取此溶液 10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.5.1.2.9 乙酸铅脱脂棉。

4.5.1.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和

4.5.1.3.1 分光光度计。

4.5.1.3.2 定砷器: 符合 GB/T 610.2 中 5.3 之规定。

4.5.1.4 分析步骤

4.5.1.4.1 校准曲线的绘制

在六个干燥的定砷瓶中, 依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 砷标准溶液, 再依次加入 30 mL、29 mL、28 mL、27 mL、26 mL、25 mL 水使溶液总体积为 30 mL。

在各定砷瓶中加入 4 mL 硫酸溶液, 2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液, 摇匀。静置反应 20 min。再各加入 (5±0.1) g 无砷锌, 立即将塞有乙酸铅脱脂棉并盛有 5.0 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙基胺三氯甲烷吸收液的吸收管子装在定砷瓶上, 反应 50 min。取下吸收管(勿使液面倒吸), 用三氯甲烷将吸收液补充至 5.0 mL, 混匀。

在波长 510 nm 处, 用 1 cm 吸收池, 以试剂空白为参比, 测定吸光度。

以砷含量(mg)为横坐标, 对应的吸光度为纵坐标, 绘制校准曲线。

4.5.1.4.2 测定

称取约 1 g 试样(精确至 0.01 g), 以热水溶解(如有不溶物应过滤除去), 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此为试液 A。

移取 10 mL 试液 A 于定砷瓶中, 加入 20 mL 水。然后按校准曲线的绘制中的步骤从“在各定砷瓶中加入 4 mL……”开始操作至测定吸光度。

4.5.1.5 结果计算

砷(As)含量以质量分数 w_4 计, 数值以 % 表示, 按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 10/100} \times 100$$

$$= \frac{m}{m_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得的砷含量的数值, 单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值, 单位为克(g)。

4.5.1.6 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 0.000 05%。

4.5.2 砷斑法

4.5.2.1 方法提要

在酸性溶液中, 用碘化钾和氯化亚锡将 As(V) 还原为 As(III), 加锌粒与酸作用, 产生新生态氢, 使 As(III) 进一步还原为砷化氢, 砷化氢气体与溴化汞试纸作用时, 产生棕黄色的汞砷化合物, 可用于砷的

目视比色法测定。

4.5.2.2 试剂和材料

4.5.2.2.1 盐酸。

4.5.2.2.2 碘化钾。

4.5.2.2.3 硫酸溶液:1+1。

4.5.2.2.4 氯化亚锡溶液:400 g/L。

4.5.2.2.5 氢氧化钠溶液:100 g/L。

4.5.2.2.6 无砷锌粒。

4.5.2.2.7 乙酸铅棉花。

4.5.2.2.8 溴化汞试纸。

4.5.2.2.9 砷标准贮备液:1 mL 含有 0.1 mg As。

4.5.2.2.10 砷标准溶液:1 mL 含有 0.001 mg As。(配制方法同 4.5.1.2.8)

4.5.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

定砷器:同 GB/T 610.1 中 5.2 规定。

4.5.2.4 分析步骤

移取 10.00 mL 试液 A(4.5.1.4.2),置于定砷器的广口瓶中。在另一定砷器的广口瓶中,准确加入 5.00 mL 砷标准溶液。分别稀释至 70 mL,加 6 mL 盐酸,摇匀,加 2.5 g 无砷锌粒,立即按 GB/T 610.1 中图装好装置,于暗处在 25℃~30℃放置 1 h~1.5 h。比较溴化汞试纸的颜色,即可判定。

4.6 铅含量的测定

4.6.1 方法提要

用电加热原子吸收光谱法,在波长 283.3 nm 处测定吸光度。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 硝酸溶液:1+1。

4.6.2.2 铅标准贮备液:1 mL 含有 0.1 mg Pb。

称取 0.100 g 铅(99.9%以上),精确至 0.2 mg,加 20 mL 硝酸溶液溶解,加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

4.6.2.3 铅标准溶液:1 mL 含有 0.001 mg Pb。

移取 10.00 mL 铅标准贮备液放入 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。

4.6.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

4.6.3.1 微量进液装置:装有按钮式 5 μ L~500 μ L 微量液体流量计或自动进样器。

4.6.3.2 电加热原子吸收分析装置:带电加热方式,可进行反向接地补偿。

4.6.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。

4.6.3.4 铅空心阴极灯。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 称取约 1 g 试样(精确至 0.2 mg)。置于 250 mL 烧杯中,加水 30 mL、硝酸溶液 10 mL,盖上表面皿煮沸约 1 min。冷至室温后转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此为试液 B,供测 Pb、Cd 使用。

4.6.4.2 分别移取 5.00 mL 试液 B,置于四个 50 mL 容量瓶中,并依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 铅标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用微量进液装置将配好的试样注入发热炉,经干燥、灰化、原子化后,在 283.3 nm 处测其吸光度。以加入标准溶液的铅浓度为横坐标,相应的吸光度

为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为所测试样中铅的含量。

4.6.5 结果计算

铅(Pb)含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$\begin{aligned} w_5 &= \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/1\ 000} \times 100 \\ &= \frac{20m}{m_0} \dots\dots\dots (5) \end{aligned}$$

式中:

m ——所测试样中铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.6.6 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 0.000 2%。

4.7 镉含量的测定

4.7.1 方法提要

用电加热原子吸收光谱法,在波长 228.8 nm 处测定吸光度,求出镉含量。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 硝酸溶液:1+1。

4.7.2.2 镉标准贮备液:1 mL 含有 0.1 mg Cd。

称取 0.100 g 金属镉(99.9%以上),精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸溶液溶解,加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

4.7.2.3 镉标准溶液:1 mL 含有 0.000 1 mg Cd。

移取 10.00 mL 镉标准贮备液放入 1 000 mL 容量瓶中,加 20 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。再取 10.00 mL 该溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液,并用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

4.7.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

4.7.3.1 微量进液装置:装有按钮式 5 μ L~500 μ L 微量液体流量计或自动进样器。

4.7.3.2 电加热原子吸收分析装置:带电加热方式,可进行反向接地补偿。

4.7.3.3 发热炉:石墨或耐高温金属制。

4.7.3.4 镉空心阴极灯。

4.7.4 分析步骤

分别移取 5.00 mL 试液 B(4.6.4.1),置于四个 50 mL 容量瓶中,并依次加入 0.00 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.50 mL 镉标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用微量进液装置将配好的试样注入发热炉,经干燥、灰化、原子化后,在 228.8 nm 处测其吸光度。以加入标准溶液的镉浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为所测试样中镉的含量。

4.7.5 结果计算

镉(Cd)含量以质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$\begin{aligned} w_6 &= \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 5/1\ 000} \times 100 \\ &= \frac{20m}{m_0} \dots\dots\dots (6) \end{aligned}$$

式中:

m ——所测试样中镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.7.6 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 0.000 05%。

4.8 汞含量的测定

4.8.1 分光光度法

4.8.1.1 方法提要

将试样中的汞用高锰酸钾氧化成二价汞离子,过量的高锰酸钾用盐酸羟胺还原后,在硫酸酸性溶液中用双硫脲四氯化碳溶液来萃取。在萃取液中加入盐酸进行反萃取。然后将水层 pH 调节为 4.8~5.5,再用双硫脲四氯化碳溶液萃取汞离子,过量的双硫脲用氨水洗净后,由分光光度法求出汞的含量。

4.8.1.2 试剂和材料

4.8.1.2.1 硫酸溶液:1+1。

4.8.1.2.2 盐酸溶液:1+1。

4.8.1.2.3 硝酸。

4.8.1.2.4 醋酸溶液:1+2。

4.8.1.2.5 氨水溶液:1+2。

4.8.1.2.6 氨水溶液:1+3。

4.8.1.2.7 氨性洗液:取氨水 1 mL,加水稀释到 100 mL,加 EDTA 溶液 5 mL。

4.8.1.2.8 高锰酸钾。

4.8.1.2.9 盐酸羟胺溶液:200 g/L。

称取盐酸羟胺 20 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

4.8.1.2.10 尿素溶液:200 g/L。

称取尿素 20 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作,直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

4.8.1.2.11 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:38 g/L。

称取乙二胺四乙酸二钠(二水盐)3.8 g 溶于水中,并稀释至 100 mL。将此溶液移入 200 mL 分液漏斗,加双硫脲四氯化碳浓溶液 10 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层。重复这项操作。直到双硫脲溶液颜色成为固有的绿色为止。

4.8.1.2.12 精制四氯化碳。

在四氯化碳中,加入约占其容量 5%的硫酸摇混,静置后弃去硫酸层。重复操作到硫酸层无色为止。然后水洗,加块状氧化钙摇混,将混有氧化钙的四氯化碳进行蒸馏,收集 77℃的馏分。

4.8.1.2.13 双硫脲四氯化碳贮备溶液:0.1 g/L。

取双硫脲(二苯基硫卡巴脲)放入玛瑙研钵,研成细粉。取其 100 mg,加 1 L 精制四氯化碳,不时地搅拌,静置 24 h 以上使双硫脲完全溶解。

4.8.1.2.14 双硫脲四氯化碳浓溶液:0.05 g/L。

移取双硫脲四氯化碳贮备溶液 100.00 mL 于 200 mL 容量瓶中,加精制四氯化碳至刻度。

4.8.1.2.15 双硫脲四氯化碳溶液:0.005 g/L。

移取双硫脲四氯化碳浓溶液 50.00 mL 于 500 mL 容量瓶中,加精制四氯化碳至刻度。

4.8.1.2.16 酚红的乙醇溶液:1 g/L。

称取酚红 0.1 g,溶于 95%乙醇 20 mL 中,用水稀释成 100 mL。

4.8.1.2.17 汞标准贮备液:1 mL 含有 0.1 mgHg。

4.8.1.2.18 汞标准溶液:1 mL 含有 0.001 mgHg。

移取汞标准贮备液 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度。再取 10.00 mL 此溶液于 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,此溶液现用现配。

4.8.1.3 仪器、设备

4.8.1.3.1 分液漏斗:50 mL、100 mL、1 000 mL。

4.8.1.3.2 回流冷凝装置:1 000 mL 圆底磨口烧瓶,冷凝管长 30 cm 以上。

4.8.1.3.3 玻璃珠:直径(d)为 2 mm~4 mm。

4.8.1.3.4 分光光度计。

4.8.1.4 分析步骤

4.8.1.4.1 称取试样约 10 g(精确到 0.2 mg),放入回流冷凝装置的烧瓶中,加水约 500 mL、硝酸 60 mL 和高锰酸钾 1 g,轻轻地摇匀,放入几粒玻璃珠后,装上回流冷凝管,缓缓加热,煮沸 1 h。

4.8.1.4.2 如果煮沸过程中高锰酸钾的颜色消失,可停止加热,待液温下降到约 40℃时加 1 g 高锰酸钾,继续加热煮沸。重复这项操作,直到高锰酸钾的颜色保持 10 min 以上不褪色为止。

4.8.1.4.3 煮沸 1h 后放冷到液温约 40℃,取下烧瓶,滴加盐酸羟胺溶液直到高锰酸钾颜色消失为止。加几滴酚红的乙醇溶液,边冷却边加(1+2)氨水溶液,直到溶液颜色变红为止。

4.8.1.4.4 加硫酸溶液 30 mL,盐酸羟胺溶液 5 mL 和尿素溶液 5 mL 后,移入 1 000mL 分液漏斗。在其中加入双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL,剧烈振摇 2 min。静置后,将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗。

4.8.1.4.5 在水层中再加双硫脲四氯化碳浓溶液 20 mL,剧烈振摇 2 min。静置后将四氯化碳层合并到刚才分离出来的四氯化碳层中,弃去水层。

4.8.1.4.6 给四氯化碳层加水 20 mL,通过振摇 30 s 来洗涤四氯化碳层,静置后,将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗,弃去水层。

4.8.1.4.7 给四氯化碳层加盐酸溶液 10 mL,振摇 30 s,静置后将四氯化碳层移入另一 100 mL 分液漏斗,保留水层。

4.8.1.4.8 给四氯化碳层加盐酸溶液 5 mL,振摇后静置,弃去四氯化碳层,水层则合并到前项保留的水层中。

4.8.1.4.9 水层用水稀释到约 50 mL,加盐酸羟胺溶液 0.5 mL,醋酸溶液 2 mL,EDTA 溶液 1 mL 和(1+2)氨水溶液 10 mL。

4.8.1.4.10 使用溴甲酚绿 pH 试纸,小心滴加(1+3)氨水溶液调节 pH 到 4.8~5.5(当 pH 值超过 5.5 时,整个方法报废),准确加入双硫脲四氯化碳溶液 10 mL,剧烈振摇 2 min。静置后,将四氯化碳层移入 50 mL 分液漏斗,弃去水层

4.8.1.4.11 给四氯化碳层加氨性洗液 10 mL,剧烈振摇 30 s,静置后只将水层用移液管或滴液管吸出。重复这项操作,直到氨性洗液成为无色为止。

4.8.1.4.12 将四氯化碳层注入 10mm 吸收池,以试剂空白为参比测在波长 490 nm 处的吸光度。

4.8.1.4.13 校准曲线的绘制:依次移取汞标准溶液 1.00 mL~15.00 mL,放入 100 mL 分液漏斗,加盐酸溶液 15 mL,用水稀释至大约 50 mL。加盐酸羟胺溶液 0.5 mL,醋酸溶液 2 mL,EDTA 溶液 1 mL 和(1+2)氨水 10 mL。然后按照 4.8.1.4.10~4.8.1.4.12 同样操作,以汞含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。同时做空白试验。

4.8.1.5 结果计算

汞(Hg)含量以质量分数 w_7 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m ——从校准曲线查出的汞质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.8.1.6 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0.000 005%。

4.8.2 冷原子吸收法

4.8.2.1 方法提要

在酸性介质中,将试样中的汞氧化成二价汞离子,用氯化亚锡将汞离子还原成汞原子,用冷原子吸收法测定汞。

4.8.2.2 试剂和材料

4.8.2.2.1 硫酸-硝酸混合液。

将200 mL硫酸(优级纯)缓慢加入300 mL水中,同时不断搅拌。冷却后加入100 mL硝酸(优级纯),混匀。

4.8.2.2.2 硫酸(优级纯)溶液:1+71。

4.8.2.2.3 盐酸(优级纯)溶液:1+11。

4.8.2.2.4 高锰酸钾(优级纯)溶液:10 g/L。

4.8.2.2.5 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

4.8.2.2.6 氯化亚锡溶液:50 g/L。

称取5.0 g氯化亚锡,置于200 mL烧杯中。加入10 mL盐酸溶液及适量水使其溶解,稀释至100 mL,混匀。

4.8.2.2.7 汞标准贮备液:1 mL含有0.1 mgHg。

4.8.2.2.8 汞标准溶液:1 mL含有0.001 mgHg。(配制方法同4.8.1.2.18)

4.8.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

4.8.2.3.1 原子吸收分光光度计或测汞仪。

4.8.2.3.2 汞空心阴极灯。

4.8.2.4 分析步骤

4.8.2.4.1 校准曲线的绘制

在6个50 mL容量瓶中,依次加入汞标准溶液0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,加水至40 mL。加入3 mL硫酸-硝酸混合液和1 mL高锰酸钾溶液,摇匀,静置15 min。再滴加盐酸羟胺溶液至试液红色恰好消失,用水稀释至刻度,摇匀。

在波长253.7 nm处,以氯化亚锡溶液还原后的试剂空白所产生的汞蒸气为参比,测出以氯化亚锡溶液还原后各标准试液所产生汞蒸气的吸光度。

以汞含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.8.2.4.2 测定

移取10 mL由测定砷得到的试液A(4.5.1.4.2)移入50 mL容量瓶中。以下按校准曲线的绘制中加入汞标准溶液以后的步骤进行操作,测出以氯化亚锡还原后试样溶液所产生汞蒸气的吸光度。

4.8.2.5 结果计算

汞(Hg)含量以质量分数 w_8 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 \times 10/100} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得的汞含量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.8.2.6 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 0.000 002%。

4.9 六价铬含量的测定

4.9.1 方法提要

用氨水将 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 生成氢氧化物或碱式盐、沉淀弃去。用原子吸收光谱法测定铬。

4.9.2 试剂与材料

4.9.2.1 氨水溶液:1+1。

4.9.2.2 甲基红指示剂:1 g/L 乙醇溶液。

4.9.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

4.9.3.1 原子吸收分光光度计。

4.9.3.2 铬空心阴极灯。

4.9.3.3 铬标准溶液:1 mL 含有 0.1 mgCr。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 试样的制备

称取约 1 g 试样(精确至 0.2 mg),置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解,加入二滴甲基红指示剂,在搅拌下用氨水溶液调节至溶液由红色变为黄色为止,加热至微沸,使沉淀凝聚。冷却后,转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用快速定性滤纸干过滤,滤液留作测定用。

4.9.4.2 校准曲线的绘制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含铬量为 0.00 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、4.00 mg/L,在仪器的最佳工作条件下,于波长 357.9 nm 处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铬含量为横坐标,绘制校准曲线。

4.9.4.3 试样的测定

按校准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测定滤液(4.9.4.1)的吸光度,从校准曲线中求得相应的铬含量。

4.9.5 结果计算

铬(Cr^{+6})含量以质量分数 w_9 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_9 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_0 / 100} \times 100 \quad \dots \dots \dots (9)$$

式中:

m ——从校准曲线上查得的铬质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.9.6 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 0.000 1%。

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,六个月至少进行一次型式检验,其中结晶氯化铝含量、铁含量、不溶物含量、pH 值等四项指标项目应逐批检验。

5.2 水处理剂结晶氯化铝应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的水处理剂结晶氯化铝都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括生产厂名称、产品名称、等级、批号、净含量、生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

5.3 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的水处理剂结晶氯化铝进行验收。验收应在货到之日算起的 15 天之内进行。

5.4 每批产品应不超过 30 t。

5.5 按 GB/T 6678 中 6.6 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的四分之三处采样。将所取的样品混匀,按四分法缩分至约 500 g,分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的广口瓶中,密封。瓶上贴标签,注明生产厂名称、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存一个月备查。

5.6 如检验结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中取样核验。核验的结果即使有一项指标不符合本标准要求时,整批产品不能验收。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

6 标志、标签和包装

6.1 包装袋上应有牢固清晰的标志,注明生产厂名称、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、商标和本标准编号以及 GB/T 191 规定的“怕雨标志”。

6.2 水处理剂结晶氯化铝采用复合塑料编织袋或内衬聚乙烯塑料袋的塑料编织袋包装。内袋扎口或热合,外袋应牢固缝合。每袋净重 40 kg。

6.3 本品易潮解,贮运时要防雨、防潮,保持包装完整。禁止与有毒有害物混贮共运。

前 言

水处理剂 丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物是一种阻垢分散剂。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位：中石化石油化工科学研究院、北京燕山石油化工公司研究院、化工部天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：陈文闯、庞如振、黄家栩。

中华人民共和国化工行业标准

水处理剂 丙烯酸-2-甲基-2- 丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物

HG/T 3642—1999

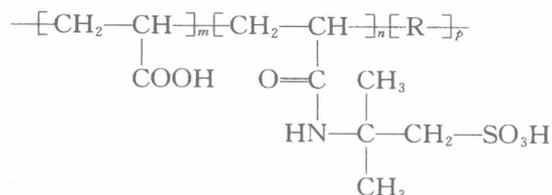
Water treatment chemicals—Acrylic acid-2-acrylamido-
2-methyl-propane-sulfonic acid copolymers

1 范围

本标准规定了水处理剂丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以丙烯酸为主体,与2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸等聚合而成的二元及多元共聚物。该产品主要用作工业水处理中的阻垢分散剂。

结构式:



其中,R 为丙烯酸酯、马来酸等。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 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—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:无色或黄色透明液体。

3.2 水处理剂丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物应符合表1要求。

国家石油和化学工业局1999-08-12批准

2000-10-01实施

表 1

项 目	指 标
固体含量, %	≥ 30.0
游离单体(以 $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH}$ 计)含量, %	≤ 0.50
pH 值(1%水溶液)	≤ 2.5
密度(20℃), g/cm^3	≥ 1.05
极限粘数(30℃), dL/g	0.055~0.100

4 试验方法

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GB/T 6682规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 601、GB/T 603规定制备。

4.1 鉴别

4.1.1 方法提要

采用核磁共振仪对试样进行碳谱分析(^{13}C NMR),二氧六环作基准(外标, $\delta_0 = 67.8 \times 10^{-6}$), ^{13}C 谱图中存在如下特征化学位移,可认定2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸的存在。

~ 27×10^{-6} 甲基

$53 \times 10^{-6} \sim 55 \times 10^{-6}$ 与磺酸基相连的亚甲基

~ 60×10^{-6} 与酰胺基相连的季碳

4.1.2 分析步骤

将试样置于核磁共振测定专用样品管中,再加入封有重水的毛细管供锁场用。在宽带去偶、脉冲间隔为3 s的条件下进行定性测定。

4.2 固体含量的测定

4.2.1 方法提要

在一定温度下,将试样置于电热干燥箱内烘干至恒重。

4.2.2 仪器、设备

一般实验室仪器和

4.2.2.1 扁型称量瓶: $460 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

4.2.2.2 电热干燥箱:温度可控制(120 ± 2)℃。

4.2.3 分析步骤

用预先于(120 ± 2)℃干燥恒重的称量瓶,称取约0.7 g试样(精确至0.000 2 g),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 ± 2)℃下干燥4 h。取出放入干燥器中冷却至室温,然后称量,直至恒重。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的固体含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——称量瓶质量, g;

m_2 ——干燥后的试料与称量瓶质量, g;

m ——试样质量, 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。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.3%。

4.3 游离单体含量的测定

4.3.1 方法提要

在酸性条件下,试样中游离单体的双键与溴起加成反应。过量的溴与碘化钾作用析出碘。以淀粉作指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液在中性或弱酸性条件下滴定析出的碘。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.3.2.2 碘化钾溶液:100g/L。

4.3.2.3 溴溶液: $c(1/2Br_2)$ 约0.1 mol/L。

4.3.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3)$ 约0.1 mol/L。

4.3.2.5 可溶性淀粉溶液:10 g/L。

4.3.3 分析步骤

以减量法称取约4 g试样(精确至0.001 g),置于预先加入20 mL水的500 mL碘量瓶中。加入20.00 mL溴溶液、5 mL盐酸溶液,摇匀,于暗处放置30 min。取出,加入15 mL碘化钾溶液,摇匀,于暗处放置5 min。取出,加入150 mL水,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加1 mL~2 mL淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。

测定的同时,按相同步骤(只是不加试样)进行空白试验。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的游离单体(以 $CH_2=CH-COOH$ 计)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(V_0 - V)c \times 0.036\ 03}{m} \times 100 = \frac{(V_0 - V)c \times 3.603}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

V ——滴定试液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

m ——试样质量,g;

0.036 03——与1.00 mL硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3) = 1.000$ mol/L]相当的以克表示的丙烯酸的质量。

4.3.5 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0.03%。

4.4 pH值的测定

4.4.1 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。

4.4.2 分析步骤

称取(1.00±0.01)g试样,全部转移到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。

4.5 密度的测定

4.5.1 仪器、设备

4.5.1.1 密度计:分度值为0.001 g/cm³;

4.5.1.2 恒温水浴:温度控制在(20±1)℃;

4.5.1.3 玻璃量筒:250 mL;

4.5.1.4 温度计:0~50℃,分度值为1℃。

4.5.2 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℃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℃试样的密度。

4.6 极限粘数的测定

4.6.1 方法提要

将试样在101 g/L 硫氰酸钠溶液中制成稀溶液,用乌氏粘度计测定其极限粘数。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 氢氧化钠溶液:80 g/L。

4.6.2.2 硫氰酸钠溶液:101 g/L。

4.6.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

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

4.6.3.2 恒温水浴:温度控制在(30±0.3)℃。

4.6.3.3 温度计:0~50℃,分度值0.1℃。

4.6.3.4 秒表:最小分度值0.1 s。

4.6.3.5 培养皿:φ85 mm。

4.6.3.6 耐酸滤过漏斗:G3,40 mL。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 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±0.3)℃的恒温水浴中,经G3耐酸滤过漏斗加入硫氰酸钠溶液至乌氏粘度计充装标线G、H之间为止,恒温10 min~15 min。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0.2 s,取其平均值 t_0 。

4.6.4.2 试液的制备

称取约5 g试样置于培养皿中,用氢氧化钠溶液仔细调节试液的pH值至9.0(用精密pH试纸检查)。然后放入电热干燥箱内,从室温开始加热,于(120±2)℃下干燥4 h,于干燥器中冷却至室温,即制成干燥试样。称取0.8 g~1.0 g试样(精确至0.000 2 g),置于50 mL烧杯中,用约20 mL硫氰酸钠溶液溶解,全部转移至100 mL容量瓶中,用硫氰酸钠溶液稀释至刻度,摇匀。

4.6.4.3 测定

将试液经G3耐酸滤过漏斗加入到洁净、干燥的乌氏粘度计中,至充装标线G、H之间为止,恒温10 min~15 min。用洗耳球将试液吸入C球标线E以上,用秒表测定试液流过计时标线E、F的时间,连续测定三次,误差不超过0.2 s,取其平均值 t 。

4.6.5 分析结果的表述

以dL/g表示的极限粘数(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{2(\eta_{sp} - \ln\eta_r)}{c} = \frac{2[(t/t_0 - 1) - \ln t/t_0]}{c} \dots\dots\dots (3)$$

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

η_r ——相对粘度, $\eta_r = t/t_0$;

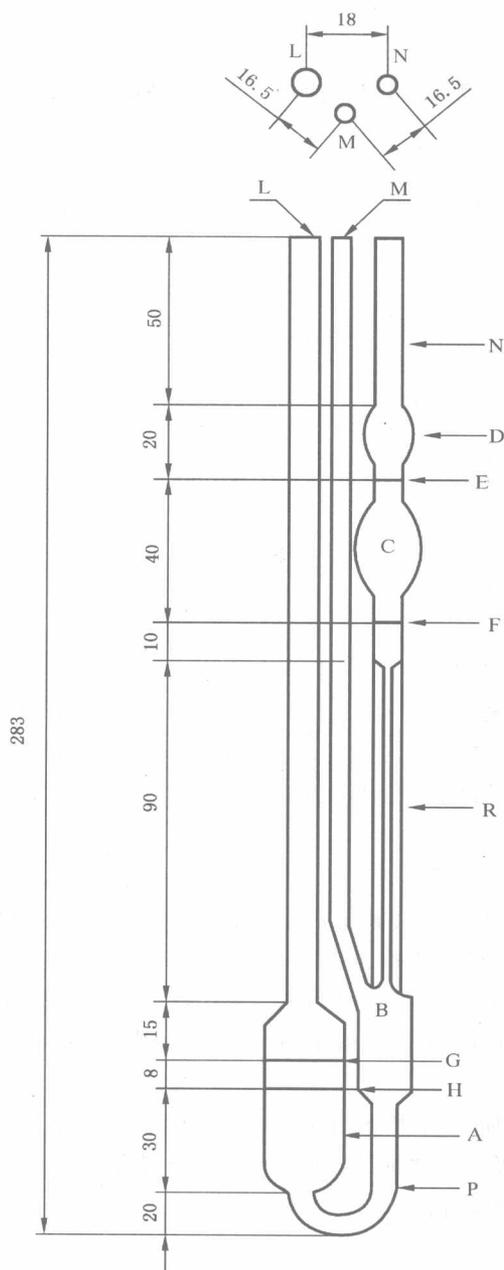
c ——试液的浓度, g/dL;

t_0 ——硫氰酸钠溶液流过粘度计计时标线E、F的时间, s;

t ——试液流过粘度计计时标线E、F的时间, s。

4.6.6 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0.004 dL/g。



A—低部贮球,外径 26 mm;B—悬浮水平球;C—计时球,容积 3.0 mL($\pm 5\%$);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($\pm 2\%$)

图1 乌氏粘度计

5 检验规则

5.1 本标准规定的固体含量、游离单体含量、pH 值、密度、极限粘数等指标项目为出厂检验项目,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的要求。

5.2 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。

5.3 按GB/T 6678中6.6的规定确定采样单元数。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1 000mL;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。

5.4 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,整批产品不能验收。

5.5 采用GB/T 1250规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 水处理剂丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物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、厂址以及GB 191规定的“向上”标志。

6.2 每批出厂的水处理剂丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物应附有质量合格证,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

6.3 水处理剂丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净重25 kg;或采用内衬聚乙烯塑料薄膜袋的铁桶包装,每桶净重200 kg。

6.4 运输时应防止曝晒,贮存在干燥通风的库房内。

6.5 水处理剂丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物的贮存期为十个月。



ICS 71.100.35
G 77
备案号: 23734—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3657—2008
代替 HG/T 3657—1999

水处理剂 异噻唑啉酮衍生物

Water treatment chemicals—Isothiazolinones

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准代替 HG/T 3657—1999《水处理剂 异噻唑啉酮衍生物》。

本标准与 HG/T 3657—1999 相比,主要变化如下:

- 活性物含量的测定增加了高效液相色谱法;
- 活性物含量指标 I 类由原来的“ $\geq 14.0\%$ ”改为“ $14.0\% \sim 15.0\%$ ”; II 类由原来的“ $\geq 1.5\%$ ”改为“ $1.50\% \sim 1.80\%$ ”;
- CMI/MI 质量分数的比值由原来的“ $2.5 \sim 4.0$ ”改为“ $2.5 \sim 3.4$ ”;
- 密度 I 类由原来的“ ≥ 1.30 ”改为“ $1.26 \sim 1.32$ ”;密度 II 类由原来的“ ≥ 1.02 ”改为“ $1.02 \sim 1.05$ ”。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院、北京天擎化工有限责任公司、中国人民解放军防化研究院北京昌化精细化工厂、内蒙古百灵精细化工有限公司。

本标准主要起草人:朱传俊、章小林、王洪道、高子峪、李超、邵宏谦。

本标准于 1999 年首次发布。

水处理剂 异噻唑啉酮衍生物

1 范围

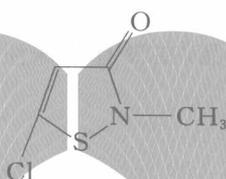
本标准规定了水处理剂 异噻唑啉酮衍生物的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存和安全要求。

该产品主要用作工业水处理中的杀生剂。

水处理剂 异噻唑啉酮衍生物中主要包含两种成分。

① 5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮(CMI)

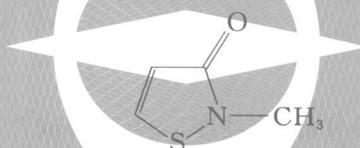
结构式:



相对分子质量:149.60(按 2005 年国际相对原子质量)

② 2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮(MI)

结构式:



相对分子质量:115.15(按 2005 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, 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(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 产品分类

该产品分为两类。

I类:活性物含量为 14.0%~15.0%,用作杀生剂,也可用于制备低活性物含量的产品。

II类:活性物含量为 1.50%~1.80%,用作杀生剂。

4 要求

4.1 外观: I类产品为无色至淡黄色透明液体; II类产品为淡黄或淡蓝绿色透明液体。

4.2 水处理剂 异噻唑啉酮衍生物技术指标应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标	
	I 类	II 类
活性物含量/%	14.0~15.0	1.50~1.80
CMI/MI(质量分数)/%	2.5~3.4	2.5~3.4
pH 值	2.0~4.0	2.0~5.0
密度(20 °C)/(g/cm ³)	1.26~1.32	1.02~1.05

5 试验方法

本标准所用试剂和水,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。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有特殊注明时,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

5.1 活性物含量的测定

5.1.1 高效液相色谱法(仲裁法)

5.1.1.1 方法提要

利用 CMI、MI 两种物质在高效液相色谱固定相上吸附和解吸速度的差异对其进行分离。经紫外检测计检测,计算其含量。

5.1.1.2 试剂和材料

5.1.1.2.1 甲醇(色谱纯)。

5.1.1.2.2 CMI 标样(纯度≥99.5%)、MI 标样(纯度≥99.5%)或含 CMI、MI 的标样。

5.1.1.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

高效液相色谱仪:配有紫外检测器和数据处理系统。

操作条件如下。

色谱柱:Kromasil-C₁₈柱。

流动相:甲醇:水=40:60(体积比)。

流速:1 mL/min。

检测器波长:254 nm 或 278 nm。

柱温:室温。

5.1.1.4 分析步骤

5.1.1.4.1 标准样品溶液的制备:称取 CMI 标准样品约 0.20 g,MI 标准样品约 0.07 g(或称取相应量的含 CMI、MI 的标准样品),精确至 0.2 mg。置于 50 mL 容量瓶中,加流动相溶解,稀释到刻度,摇匀。用移液管移取 1 mL~5 mL,置于 25 mL 容量瓶中,用流动相稀释到刻度,摇匀备用。

5.1.1.4.2 校正因子的测定:取 50 μL~100 μL 标准样品溶液进行高效液相色谱分析,至少连续进样 5 次以上。分别积分计算 CMI、MI 两种标准物的平均峰面积 S_A、S_B。

5.1.1.4.2.1 CMI 标准样品的校正因子 f(A)按式(1)计算:

$$f(A) = \frac{m_A a}{S_A} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

S_A——连续测定 5 次以上标准样品溶液所得的 CMI 标准物色谱峰面积的平均值,单位为平方毫米 (mm²);

m_A ——CMI 标准样品质量的数值,单位为克(g);
 a ——CMI 标准样品的纯度,单位为百分数(%)。

5.1.1.4.2.2 MI 标准样品的校正因子 $f(B)$ 按式(2)计算:

$$f(B) = \frac{m_B b}{S_B} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

S_B ——连续测定 5 次以上标准样品溶液所得的 MI 标准物色谱峰面积的平均值,单位为平方毫米(mm^2);

m_B ——MI 标准样品质量的数值,单位为克(g);
 b ——MI 标准样品的纯度,单位为百分数(%)。

5.1.1.4.3 测定

称取约 1.0 g 试样,精确至 0.2 mg。I 类产品置于 500 mL 容量瓶中,II 类产品置于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

取 50 μL ~100 μL 试液进行高效液相色谱分析,至少连续进样 3 次以上,分别积分计算 CMI、MI 组分的平均峰面积 S'_A 、 S'_B 。

5.1.1.5 结果的计算

5.1.1.5.1 CMI 含量以质量分数 w_{CMI} 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_{\text{CMI}} = \frac{f(A)S'_A}{m_A} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

S'_A ——连续测定 3 次以上试液所得的 CMI 活性物色谱峰面积的平均值,单位为平方毫米(mm^2);
 $f(A)$ ——由 5.1.1.4.2.1 条测得的 CMI 标准样品的校正因子;
 m_A ——CMI 试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.1.1.5.2 MI 含量以质量分数 w_{MI} 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_{\text{MI}} = \frac{f(B)S'_B}{m_B} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

S'_B ——连续测定 3 次以上试液所得的 MI 活性物色谱峰面积的平均值,单位为平方毫米(mm^2);
 $f(B)$ ——由 5.1.1.4.2.2 条测得的 MI 标准样品的校正因子;
 m_B ——MI 试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.1.1.5.3 活性物含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_1 = w_{\text{CMI}} + w_{\text{MI}} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

w_{CMI} ——试样中 CMI 的质量分数,%;
 w_{MI} ——试样中 MI 的质量分数,%。

5.1.1.6 允许差

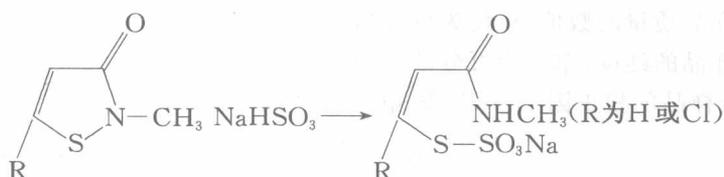
取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值 I 类不大于 0.2%,II 类不大于 0.04%。

5.1.2 氧化还原滴定法

5.1.2.1 方法提要

异噻唑啉酮衍生物与亚硫酸氢钠定量反应,过量的亚硫酸氢钠与碘反应。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

反应式如下:



5.1.2.2 试剂和材料

5.1.2.2.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L。

5.1.2.2.2 亚硫酸氢钠溶液： $c(1/2\text{NaHSO}_3)$ 约 0.5 mol/L。

称取 6.5 g 亚硫酸氢钠，溶于 250 mL 水中，此溶液有效期 3 d。

5.1.2.2.3 碘溶液： $c(1/2\text{I}_2)$ 约为 0.1 mol/L。

5.1.2.2.4 可溶性淀粉溶液：10 g/L。

5.1.2.3 分析步骤

用减量法称取约 1 g 试样（I 类）或约 7 g 试样（II 类），精确至 0.2 mg。置于预先加有 30 mL 水的 250 mL 碘量瓶中，摇匀。用移液管加入 10.00 mL 亚硫酸氢钠溶液，放置 60 min。

用移液管加入 50.00 mL 碘溶液，立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，溶液呈浅黄色时，加入 1 mL~2 mL 淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失即为终点。

同时进行空白试验。

5.1.2.4 结果的计算

活性物含量以质量分数 w_2 计，数值以 % 表示，按式(6)计算：

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_0)c \times M/2}{1\,000\,m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中：

V_1 ——滴定试液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——硫代硫酸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 ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

M ——异噻唑啉酮衍生物的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=139.19$)。

5.1.3 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，I 类产品不大于 0.1%，II 类产品不大于 0.02%。

5.2 CMI/MI(质量分数比)的测定

CMI/MI(质量分数比)按式(7)计算：

$$\text{CMI/MI} = \frac{w_{\text{CMI}}}{w_{\text{MI}}} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中：

w_{CMI} ——试样中 CMI 的质量分数，%；

w_{MI} ——试样中 MI 的质量分数，%。

5.3 pH 值的测定

5.3.1 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。

5.3.2 分析步骤

将试样倒入 250 mL 烧杯中，将电极浸入溶液中，在已定位的酸度计上读出 pH 值。

5.4 密度的测定

5.4.1 仪器、设备

- 5.4.1.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm^3 。
 5.4.1.2 恒温水浴:温度控制在 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。
 5.4.1.3 玻璃量筒:250 mL。
 5.4.1.4 温度计: $0^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$,分度值为 1°C 。

5.4.2 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°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°C 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型式检验项目,在正常生产情况下每 3 个月至少进行一次型式检验。其中活性物含量、pH 值、密度等三项指标应逐批检验。
 6.2 异噻唑啉酮衍生物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的要求。
 6.3 每批产品不超过 10 t。
 6.4 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。
 6.5 按 GB/T 16678 第 7.6 条的规定确定采样单元数。

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 1 000 mL,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。

- 6.6 检验结果如有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样进行核检,核检结果有一项指标不符合本标准的要求时,整批产品为不合格。
 6.7 采用 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。
 6.8 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。

7 标志、包装、运输、贮存

- 7.1 水处理剂 异噻唑啉酮衍生物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 191 规定的向上标志。
 7.2 每批出厂的水处理剂 异噻唑啉酮衍生物应附有质量合格证,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、产品质量符合标准的证明及标准编号。
 7.3 水处理剂 异噻唑啉酮衍生物采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净质量 25 kg、250 kg 或依顾客要求而定。
 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 异噻唑啉酮衍生物的贮存期为十个月。

8 安全要求

水处理剂 异噻唑啉酮衍生物具有腐蚀性,当与眼睛、皮肤接触时会造成灼伤,还会引起过敏性皮炎。操作时必须穿防护衣服、戴眼镜和橡皮手套;一旦接触人体必须及时用大量水冲洗。

前 言

本标准的制定中,主要考虑了使用需要,参考了有关生产厂的质量数据并进行了验证试验。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位:南京化工学院武进市水质稳定剂厂、中国石油化工集团公司水处理技术服务中心、武进精细化工厂、常州江海化工厂、武进市同德化工厂。

本标准主要起草人:常春华、王京、汤建元、徐群、顾青君、陈文闯。

中华人民共和国化工行业标准

水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷

HG/T 3662—2000

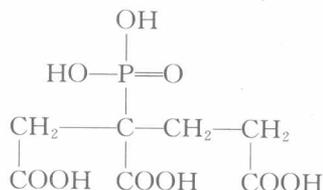
Water treatment chemicals—2-Phosphonobutane-
1,2,4-tricarboxylic acid

1 范围

本标准规定了水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷(PBTC)的要求、试验方法和检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

该产品主要用作工业水处理中的阻垢剂。

结构式：



相对分子质量：270.13(按1995年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 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—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:无色至淡黄色透明液体。

3.2 水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷应符合表1要求。

表 1

项 目		指 标	
		一等品	合格品
活性组分(PBTC), %	≥	50.0	50.0
磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量, %	≤	0.20	0.50
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量, %	≤	0.50	0.80
pH 值(1%水溶液)		1.5~2.0	1.5~2.0
密度(20 °C), g/cm^3	≥	1.270	1.270

4 试验方法

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GB/T 6682规定的三级水。

试验中所需要标准溶液、杂质标准溶液、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规定制备。

4.1 鉴别

4.1.1 方法提要

2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷中的每一个碳原子在 ^{13}C 核磁共振谱图上都有特定的化学位移,并且其谱图与其他水处理剂不相同。其特征化学位移如表2,特征谱图参见附录A图A1。

表 2

化学位移 δ	归 属
~27, ~31, ~37	3个亚甲基碳
~50 双峰	与磷原子相连的季碳
175~179	羧基碳

2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷含有一个磷原子,它在 ^{31}P 谱中具有特定的化学位移,与其他含磷化合物、异构体中的磷原子出峰位置有所不同。其特征化学位移和积分面积百分数应符合表3要求,特征谱图参见附录A图A2。

表 3

化学位移 δ	归 属	积分面积	面积百分数, %
~21	PBTC 上的磷原子	A_x	>85
其他位移	试样中的杂质磷原子		

4.1.2 试剂及材料

4.1.2.1 二氧六环;

4.1.2.2 重水;

4.1.2.3 磷酸。

4.1.3 仪器、设备

4.1.3.1 傅利叶变换核磁共振仪:频率60 MHz以上。

4.1.3.2 样品管:外径5 mm,长度约18 cm 管测碳谱用;外径10 mm,长度约20 cm 管,测磷谱用。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 碳谱:直接将试样原液移入核磁共振测定专用样品管中。再加入封有重水的毛细管供锁场用。在宽带去偶、脉冲间隔为3 s的条件下进行定性测定。定标采用二氧六环间接标准($\delta_0=67.8$)。试样的谱图应与附录A图A1吻合。

4.1.4.2 磷谱:直接用原液测定,重水锁场。在反门控去偶、脉冲间隔为30 s,85%磷酸作基准(外标 $\delta_0=0$)条件下进行测定。FID信号不加窗函数(LB=0)处理。当主峰(PBTC峰)高度大至30 cm时,其基座(峰底宽)不应超过1.5个化学位移单位,否则重新匀场,改善谱峰的分辨率。对于主峰基座上的小杂峰,当其积分值小于主峰面积的0.5%时,可以不去修正它们对主峰的影响,否则须从主峰积分值中扣除这些杂质峰的影响。

积分面积百分数(X_0)按式(1)计算:

$$X_0 = \frac{A_x}{A_T} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: A_x —— $\delta=21$ 主峰的积分面积;

A_T ——磷谱中全部峰的积分面积。

试样的谱图应与附录A图A2吻合,积分面积百分数应大于85%。

4.2 活性组分的测定

4.2.1 重量法(仲裁法)

4.2.1.1 方法提要

2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷以及其中所含有的正磷酸和亚磷酸,经加入硫酸和分解剂加热分解,均转变成正磷酸。加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、干燥、称量,计算总磷含量。减去正磷酸、亚磷酸相当的磷含量后计算出活性组分。

4.2.1.2 试剂和材料

4.2.1.2.1 硫酸溶液:1+4。

4.2.1.2.2 硝酸。

4.2.1.2.3 硝酸溶液:1+1。

4.2.1.2.4 过硫酸钾。

4.2.1.2.5 喹钼柠酮溶液。

制备方法:

溶液 I:称取70 g 钼酸钠,溶于150 mL水中。

溶液 II:称取60 g 柠檬酸,溶于85 mL硝酸(4.2.1.2.2)和150 mL水的混合液中。

溶液 III:量取5 mL 喹啉,溶于35 mL硝酸(4.2.1.2.2)和100 mL水的混合液中。

在不断搅拌下,先将溶液 I 缓慢加入到溶液 II 中。再将溶液 III 缓慢加入到溶液 II 中。混匀,放置24 h,过滤。在滤液中加入280 mL 丙酮,用水稀释至1 000 mL,混匀,贮于棕色瓶或聚乙烯瓶中。

4.2.1.3 仪器、设备

一般实验室仪器和坩埚式过滤器:滤板孔径 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

4.2.1.4 分析步骤

4.2.1.4.1 试液的制备

称取约4 g 试样(精确至0.000 2 g),加水溶解。全部转移至500 mL容量瓶中。用水稀释至刻度,摇匀。此为试液A,供测定活性组分、正磷酸、亚磷酸含量用。

4.2.1.4.2 测定

移取10.00 mL 试液A,置于400 mL 高型烧杯中。加入10 mL 硫酸溶液、0.5 g~0.7 g 过硫酸钾,盖上表面皿,置于可控电炉上缓慢加热至浓厚白烟几乎赶尽。溶液呈粘稠状,仔细观察刚有细微结晶出现时,即取下冷却(分解的全过程约为30 min。前20 min 盖表面皿,后10 min 取下表面皿)。加入100 mL 水,加热,待结晶溶解后,稍冷,加入15 mL 硝酸溶液(4.2.1.2.3)、50 mL 喹钼柠酮溶液。盖上表面皿,置于沸水浴中,放置30 min。冷却至室温。冷却过程中摇动3~4次。

用预先于 $(180\pm 5)\text{C}$ 下恒重的坩埚式过滤器以倾析法过滤。在烧杯中洗涤沉淀三次,每次用水15 mL,将沉淀全部转移至坩埚式过滤器中,继续用水洗涤,所用洗水共约150 mL。于 $(180\pm 5)\text{C}$ 下干燥

45 min, 在干燥器冷却, 称量, 直至恒重。

4.2.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的总磷含量(X_1)按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times 0.0140}{m_0 \times 10/500} \times 100 = \frac{70m_1}{m_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_0 ——试样质量, g;

m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀的质量, g;

0.0140——由磷钼酸喹啉换算成磷的系数。

以质量百分数表示的活性组分(PBTC)(X_2)按式(3)计算:

$$X_2 = (X_1 - X_3) \times 0.326 - X_4 \times 0.392 \times 8.71 \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_1 ——总磷含量;

X_3 ——4.3测得的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量;

0.326——磷酸根换算成磷的系数;

X_4 ——4.4测得的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量;

0.392——亚磷酸根换算成磷的系数;

8.71——磷换算成活性组分(PBTC)的系数。

4.2.1.6 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0.5%。

4.2.2 容量法

4.2.2.1 方法提要

2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷为有机多元弱酸, 以酚酞为指示剂(终点pH8~9), 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。此时, 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷的反应为四元酸反应, 试样中所含的正磷酸、亚磷酸的反应为二元酸反应。

4.2.2.2 试剂和材料

4.2.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约0.5 mol/L。

4.2.2.2.2 酚酞指示剂: 10 g/L。

4.2.2.3 分析步骤

称取1.5 g~2.0 g 试样(精确至0.000 2g), 置于250 mL 锥形瓶中, 加水至100 mL。加2滴酚酞指示剂, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色即为终点。

4.2.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的活性组分(PBTC)含量(X_2)按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{Vc \times 0.06753}{m} \times 100 - 1.422X_3 - 1.710X_4 \dots\dots\dots (4)$$

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定中消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

0.06753——与1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=1.000$ mol/L]相当的以克表示的PBTC 的质量;

X_3 ——4.3测得的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量;

1.422——酸碱滴定中磷酸根换算成PBTC的系数;

X_4 ——4.4测得的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量;

1.710——酸碱滴定中亚磷酸根换算成PBTC的系数。

4.2.2.5 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%。

4.3 磷酸含量的测定

4.3.1 方法提要

在酸性条件下,正磷酸和钼酸铵反应生成黄色的磷钼杂多酸,用抗坏血酸还原成磷钼蓝,使用分光光度计。于最大吸收波长(710 nm)处测定吸光度。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 抗坏血酸溶液:20 g/L。

称取10 g 抗坏血酸溶于约50 mL 水中,加入0.20 g 乙二胺四乙酸二钠及8 mL 甲酸,用水稀释至500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,保存期15 d。

4.3.2.2 钼酸铵溶液:26 g/L。

称取13 g 钼酸铵溶于200 mL 水中,加入0.5 g 酒石酸锑钾和120 mL 浓硫酸。冷却后用水稀释至500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中。保存期2个月。

4.3.2.3 磷酸盐标准溶液:1 mL 含有0.02 mg PO_4 。

按GB/T 602 配制后,用移液管移取20.00 mL,置于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

4.3.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

分光光度计:带有厚度为1 cm 的吸收池。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 工作曲线的绘制

在6个50 mL 容量瓶中,分别加入0 mL(试剂空白溶液)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL磷酸盐标准溶液。分别加水至约25 mL,各加2.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,室温放置10 min。

使用分光光度计,用1 cm 吸收池,在710 nm 波长处,以水为参比测定吸光度。

从每个标准参比溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以磷酸根含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.3.4.2 测定

用移液管移取5.00 mL 试液A,置于50 mL 容量瓶中,加水至约25 mL。在另一个50 mL 容量瓶中加入25 mL 水作为空白试液。各加入2.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,室温放置10 min。

使用分光光度计,用1 cm 的吸收池,在710 nm 波长处,以水为参比测定吸光度。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量(X_3)按式(5)计算:

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{5}{500}} \times 100 = \frac{10 \times (m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_1 ——根据测得的试液吸光度从工作曲线上查出的磷酸根的量,mg;

m_0 ——根据测得的空白试液吸光度从工作曲线上查出的磷酸根的量,mg;

m ——试样质量,g。

4.3.6 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0.05%。

4.4 亚磷酸含量的测定

4.4.1 方法提要

在 pH 值为7.0~7.5 的条件下,碘将亚磷酸氧化成磷酸。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量

的碘。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 五硼酸铵($\text{NH}_4\text{B}_5\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)饱和溶液。

4.4.2.2 硫酸溶液:1+3。

4.4.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约0.1 mol/L。

4.4.2.4 碘溶液: $c(1/2\text{I}_2)$ 约0.1 mol/L。

4.4.2.5 可溶性淀粉溶液:10 g/L。

4.4.3 分析步骤

移取100 mL试液A,置于500 mL碘量瓶中,加入25 mL饱和五硼酸铵溶液。用移液管加入25.00 mL碘溶液,立即盖好瓶塞,于暗处放置10 min~15 min。加入15 mL硫酸溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,溶液呈浅黄色时,加入1 mL~2 mL淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。

以100 mL水代替试液,加入相同体积的所有试剂,按相同的步骤进行空白试验。

4.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量(X_4)按式(6)计算:

$$X_4 = \frac{(V_0 - V)c \times 0.0395}{m \times \frac{100}{500}} \times 100$$

$$= \frac{(V_0 - V)c \times 19.75}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中: V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

V ——试液滴定消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

m ——试样质量,g;

0.0395——与1.00 mL硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的亚磷酸根的质量。

4.4.5 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%。

4.5 pH值的测定

4.5.1 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。

4.5.2 分析步骤

称取(1.00±0.01)g试样,全部转移到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。

4.6 密度的测定

4.6.1 仪器、设备

4.6.1.1 密度计:分度值为0.001 g/cm³。

4.6.1.2 恒温水浴:可控制在(20±0.1)℃。

4.6.1.3 玻璃量筒:250 mL。

4.6.1.4 温度计:0~50℃。分度值为0.1℃。

4.6.2 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℃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。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目,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。

5.2 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。

5.3 每批产品应不超过10 t。

5.4 按GB/T 6678 6.6的规定确定采样单元数。

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1 000 mL。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。

5.5 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,整批产品不能验收。

5.6 采用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 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷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、等级、商标、批号或生产日期、净含量、厂址及GB 191规定的“向上”标志。

6.2 每批出厂的水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷应附有质量合格证,内容包括:生产厂名、产品名称、等级、商标、批号或生产日期、净含量产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

6.3 水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净重25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净重200 kg。

6.4 运输时防止曝晒,贮存在通风干燥的库房内。

6.5 水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷的贮存期为一年。

附录 A

(标准的附录)

2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷核磁共振谱图

A1 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷¹³C核磁共振谱图(图A1)

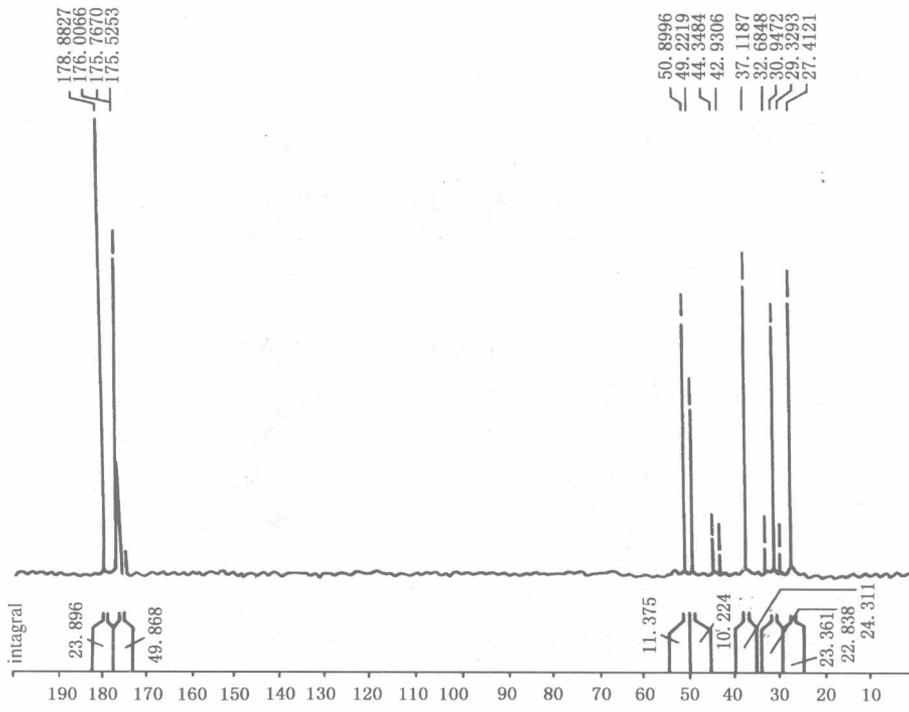


图 A1

A2 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷³¹P 核磁共振谱图(图 A2)

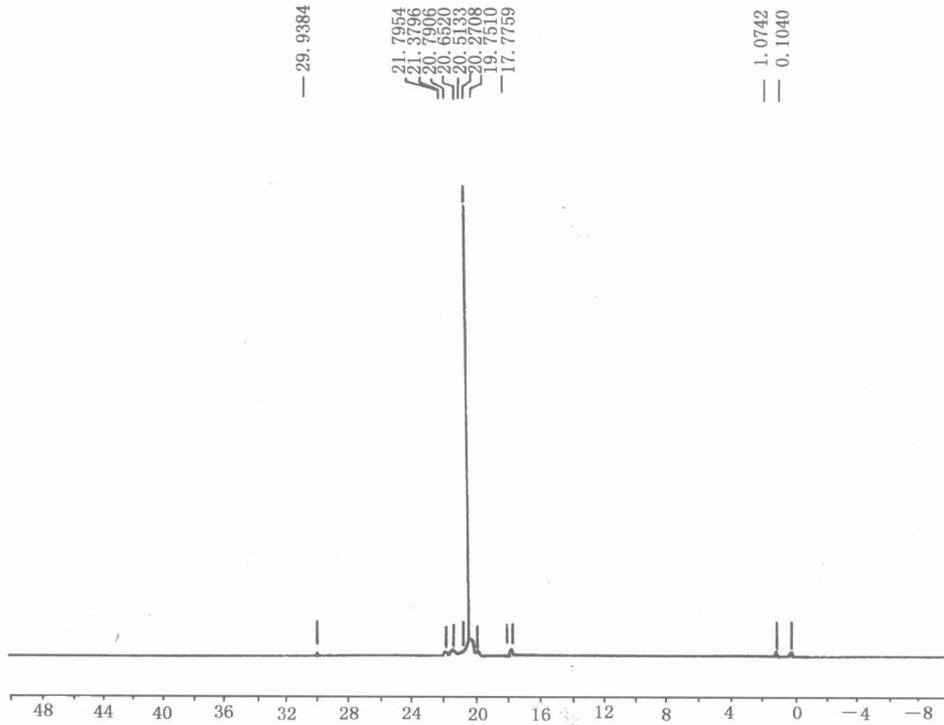


图 A2

ICS 13.060.99
G 77
备案号:15008—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3746—2004



2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准的全部技术内容为强制性的。

本标准非等效采用 BS915《高铝水泥》、ГОСТ 969—77《高铝水泥技术条件》、JIS R 2522:1995《耐火材料用高铝水泥化学分析方法》等标准,并根据我国铝酸钙行业的实际情况制定而成。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化标委水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院、深圳中润水工业技术发展公司、同济大学城市污染控制国家工程研究中心、贵州省白云特种水泥厂、河南新密北方耐火工业有限公司、阳泉中旭经贸发展有限公司、巩义市中宝耐材有限责任公司、巩义市华通水泥厂、巩义市芝田净化剂厂、贵州宇丰熔料有限公司。

本标准主要起草人:李润生、江霜英、邵宏谦、张林池、张佳丽、杜宜忠、赵金花、张元君、周秋涛、李文献。

本标准委托全国化标委水处理剂分会(SAC/TC 63/SC5)负责解释。

水处理剂用 铝酸钙

1 范围

本标准规定了水处理剂用铝酸钙的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于水处理剂用铝酸钙。该产品主要用于饮用水、工业用水和各种废水处理用聚氯化铝等的生产原料。

示性式： $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ 。

2 规范性引用文件

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 191—2000 包装储运图示标志

GB/T 205 铝酸盐水泥化学分析方法

GB/T 601—2002 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

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

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353/1:1982, NEQ)

GB/T 1345 水泥细度检验方法

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB 9774 水泥包装袋

GB 12573 水泥取样方法

GB 15892—2003 水处理剂 聚氯化铝

3 技术要求

3.1 外观：灰白色至褐红色粉末。

3.2 细度：0.080 mm 方孔筛筛余物不得大于 15%。

3.3 水处理剂用 铝酸钙应符合表 1 要求。

表 1 要求

指标名称	指 标	
	优等品	合格品
氧化铝(以 Al_2O_3 计)含量/%	≥ 58.0	55.0
可溶氧化铝(以 Al_2O_3 计)含量/%	≥ 55.0	50.0
氧化钙(CaO)含量/%	27.0~36.0	
过滤时间/min	≤ 5.0	10.0
酸不溶物含量/%	≤ 15.0	20.0
铅(Pb)含量/%	≤ 0.003	
铬[Cr(VI)]含量/%	≤ 0.002	
砷(As)含量/%	≤ 0.0003	
镉(Cd)含量/%	≤ 0.0001	

4 试验方法

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、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 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

4.1 氧化铝(以 Al_2O_3 计)含量的测定

4.1.1 方法提要

在 pH4.3 时使 EDTA 与铝离子络合,以 PAN 为指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液回滴过量的 EDTA 标准滴定溶液。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 水:GB/T 6682,三级。

4.1.2.2 氢氧化钠。

4.1.2.3 盐酸溶液:1+1。

4.1.2.4 硝酸溶液:1+1。

4.1.2.5 硝酸溶液:1+9。

4.1.2.6 氨水溶液:1+1。

4.1.2.7 pH4.3 缓冲溶液:将 42.3 g 无水乙酸钠溶于水,加 80 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 L,摇匀。

4.1.2.8 氧化铝标准溶液:1 mL 含 1.00 mg Al_2O_3 。

称取 0.529 3 g 高纯铝(纯度 99.99% 以上),精确至 0.000 2 g。置于 200 mL 聚乙烯杯中,加水 20 mL,加氢氧化钠约 3 g,使其全部溶解透明(必要时在水浴上加热),冷却,移入 1 000 mL 烧杯,用盐酸溶液(1+1)调节至酸性后多加 10 mL,使其透明,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶,移至刻度,摇匀。

4.1.2.9 硫酸铜标准滴定溶液: $c(CuSO_4)=0.02$ mol/L。

(1) 标准滴定溶液的配制:将 5.0 g 硫酸铜溶于水,加 4 滴硫酸溶液(1+1),用水稀释到 1 L,摇匀。

(2) EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液体积比的标定。

移取 20 mL EDTA 标准滴定溶液,于 250 mL 锥形瓶中,用水稀释至约 100 mL,加 15.00 mL pH4.3 缓冲溶液,加热至沸腾,取下稍冷,加 5 滴 PAN 指示剂溶液,用硫酸铜标准滴定溶液滴定至蓝色。

EDTA 标准滴定溶液与硫酸铜标准滴定溶液的体积比 k_1 按式(1)计算:

$$k_1 = \frac{V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

4.1.2.10 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(EDTA)$ 约 0.02 mol/L。

(1) 标准滴定溶液的配制:称取 8.0 g EDTA(乙二胺四乙酸二钠)置于烧杯中,加入约 200 mL 水,加热溶解,用水稀释至 1 L。

(2) EDTA 标准滴定溶液浓度的标定。

移取 20.00 mL 氧化铝标准溶液于 250 mL 锥形瓶中,加入 40.00 mL EDTA 标准滴定溶液,用水稀释到约 100 mL。将溶液加热至 70℃~80℃,用氨水溶液调节溶液 pH3.5~pH4.0,加 15 mL pH4.3 缓冲溶液,煮沸 2 min,取下稍冷,加 5 滴~6 滴 PAN 指示剂,以硫酸铜标准滴定溶液滴定至亮紫色。

EDTA 标准滴定溶液对氧化铝的滴定度 $T_{Al_2O_3}$ 按式(2)计算:

$$T_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{c_1 V_3}{V_4 - k_1 V_5} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_1 ——铝标准溶液的浓度(以 Al_2O_3 计),单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_3 ——移取铝标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_4 ——加入 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

k_1 ——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数;

V_5 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

EDTA 标准滴定溶液对氧化钙的滴定度 T_{CaO} 按式(3)计算:

$$T_{\text{CaO}} = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} \times 56.08}{50.98} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化铝的毫克数,单位为毫克每毫升(mg/mL);

56.08——CaO 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

50.98—— $1/2\text{Al}_2\text{O}_3$ 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.1.2.11 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示剂溶液:将 0.2 g PAN 溶于 100 mL 95%(体积分数)乙醇溶液中。

4.1.3 分析步骤

称取 0.5 g 试样(m_1),精确至 0.000 1 g,置于银坩锅中,加入约 6 g~7 g 氢氧化钠,在 600℃~700℃的高温下熔融 15 min~20 min,取出冷却,将坩埚放入已盛有 100 mL 近沸腾水的烧杯中,盖上表面皿,在电炉上适当加热,待熔块完全浸出后,取出坩埚,用水冲洗坩埚和盖,在搅拌下一次加入 20 mL~25 mL 盐酸溶液(1+1)和 10 滴硝酸溶液(1+1)。用硝酸溶液(1+9)洗净坩埚和盖,将溶液加热至沸腾,冷却,移入 250 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。此为试液 A,供测定氧化铝和氧化钙。

移取 20.00 mL 试液 A 于 250 mL 锥形瓶中,加入 EDTA 标准滴定溶液至过量 10 mL~15 mL,加水至约 100 mL,以下步骤按“4.1.2.10(2)”中“将溶液加热……滴定至亮紫色”进行。

4.1.4 分析结果的表述

氧化铝(Al_2O_3)含量以质量分数 ω_1 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$\omega_1 = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} (V_6 - k_1 V_7) \times 10^{-3}}{m_1 \times 20/250} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化铝的质量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_6 ——加入 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_7 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

k_1 ——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积;

m_1 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

4.1.5 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 0.35%。

4.2 可溶氧化铝含量的测定

4.2.1 方法提要

在 pH4.3 时使 EDTA 与铝离子络合,以 PAN 为指示剂,用硫酸铜标准滴定溶液回滴过量的 EDTA 标准滴定溶液。

4.2.2 分析步骤

移取 10.00 mL 试液 B(见 4.4.4)于 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。移取 10.00 mL 稀释液

于 250 mL 锥形瓶中,加 2 mL 盐酸溶液(1+1)、10 mL 水、煮沸 1min,取下,其余步骤同“4.1.2.10”。

4.2.3 分析结果的表述

可溶氧化铝的含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(5)计算。

$$w_2 = \left[\frac{T_{Al_2O_3} (V_8 - k_1 V_9) \times 10^{-3}}{10/250 \times 10/250} - 0.1 \times c_1 \right] \times 100 / m_2 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $T_{Al_2O_3}$ ——氧化铝的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_8 ——加入 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_9 ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- k_1 ——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的体积;
- 0.1——加入氯化铝溶液体积的数值,单位为升(L);
- c_1 ——氯化铝溶液浓度(以 Al_2O_3 计)的数值,单位为克每升(g/L);
- m_2 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.2.4 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 0.35%。

4.3 氧化钙(CaO)含量的测定

4.3.1 方法提要

在酸性溶液中加入适量氟化钾,以抑制硅酸和硼的干扰,然后在 pH13 以上的强碱溶液中,以三乙醇胺为掩蔽剂,用 CMP 混合指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定。

4.3.2 试剂和材料

- 4.3.2.1 盐酸溶液:1+1。
- 4.3.2.2 氟化钾溶液:20 g/L。

将 20 g 氟化钾溶于水中,用水稀释到 1 L,贮存于塑料瓶中。

4.3.2.3 三乙醇胺溶液:1+2。

4.3.2.4 钙黄绿素-甲基百里香酚兰-酚酞混合指示剂(简称 CMP 混合指示剂):称取 1.000 g 钙黄绿素、1.000 g 甲基百里香酚兰、0.200 g 酚酞与 50 g 在 105℃ 烘干过的硝酸钾混合研磨,保存于磨口瓶中。

4.3.2.5 氢氧化钾溶液:200 g/L。

将 200 g 氢氧化钾(KOH)溶于水,稀释至 1 L,贮存于塑料瓶中。

4.3.3 分析步骤

移取 25.00 mL 试液 A 于 250 mL 锥形瓶中,加 5 mL 盐酸溶液及 7 mL 氟化钾溶液,搅拌并放置 2 min 以上,用水稀释至约 150 mL。加 10 mL 三乙醇胺溶液和适量的 CMP 混合指示剂,在搅拌下加氢氧化钾溶液至出现绿色荧光后再过量 7 mL~8 mL,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至绿色荧光消失并呈红色。

4.3.4 分析结果表述

氧化钙(CaO)含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_3 = \frac{T_{CaO} V_{10} \times 10^{-3}}{m_1 \times 25/250} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- T_{CaO} ——氧化钙的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_{10} ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- m_1 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.3.5 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 0.25%。

4.4 过滤时间的测定

4.4.1 方法提要

将试样放入氯化铝溶液中,沸腾回流反应 60 min,冷却过滤,测定过滤时间。

4.4.2 试剂和材料

氯化铝溶液(以 Al_2O_3 计):约 60 g/L。

配制:将 293 g 氯化铝($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于水,稀释至 1 000 mL。

标定:移取 10.00 mL 氯化铝溶液,置于 250 mL 容量瓶,加水至刻线,摇匀。移取 10.00 mL 此溶液于 250 mL 锥形瓶中。其余步骤同“4.1.2.10(2)”。

氯化铝溶液的浓度 c_1 (以 Al_2O_3 计,g/L)按式(7)计算:

$$c_1 = \frac{T_{\text{Al}_2\text{O}_3} (V_{11} - k_1 V_{12}) \times 10^{-3}}{\frac{10 \times 10}{250} \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$T_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ——每毫升 EDTA 标准滴定溶液相当于氧化铝的毫克数,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_{11} ——加入 EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

k_1 ——每毫升硫酸铜标准滴定溶液相当于 EDTA 标准滴定溶液的毫升数;

V_{12} ——滴定时消耗硫酸铜标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 集热式磁力搅拌器:带四氟搅拌子。

4.4.3.2 真空吸引器:带真空表。

4.4.3.3 玻璃冷凝回流装置:带 250 mL 磨口三角烧瓶和球型磨口冷凝管。

4.4.3.4 玻璃抽滤装置:带 250 mL 抽滤瓶和直径 80mm 布氏漏斗。

4.4.3.5 秒表:分度值 0.1 s。

4.4.4 分析步骤

称取 100 mL 氯化铝溶液,放入 250 mL 磨口三角烧瓶,放入四氟搅拌子,预热到 70℃。

称取试料(15.0 ± 1)g¹⁾[式(8)中 m_2],精确至 0.01 g,在快速搅拌下放入磨口三角烧瓶内,套上磨口球型冷凝管,加热回流反应,自沸腾开始计时,保持沸腾反应 60 min,取下,冷却至 80℃。

在布氏漏斗内垫上直径 70 mm 中速定量滤纸,在真空状态下倒入反应料液,调节并保持真空度至 -0.035 MPa~-0.040 MPa,用秒表测量过滤时间,至滤液抽干为止的时间,即为过滤时间。

用水洗涤磨口三角烧瓶,并用洗水洗涤滤渣,反复洗滤,每次用水不超过 20 mL。洗至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此为试液 B。

4.4.5 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 20 s。

4.5 酸不溶物含量的测定

4.5.1 仪器、设备

一般实验室用仪器。

电热恒温干燥箱。

4.5.2 分析步骤

1) 称取试料的质量,根据试料的氧化钙含量而定,当氧化钙含量为 30%~33%时,称取 15 g;当氧化钙含量 >33%时,称取 14 g;当氧化钙含量 <30%时,称取 16 g。使滤液盐基度保持在 75%~85%范围,如滤液盐基度含量不在此范围,应调整试料质量,重新作。

将 4.4.4 中滤纸连同滤渣于 100℃~105℃ 干燥至质量恒定。

4.5.3 分析结果的表述

酸不溶物的含量以质量分数 w_4 计,按式(8)计算:

$$w_4 = \frac{m - m_0}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m ——滤纸和滤渣质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——滤纸质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.5.4 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 1.0%。

4.6 铅含量的测定

4.6.1 方法提要

用电加热原子吸收光谱法,在波长 283.3 nm 处测定吸光度。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 硝酸溶液:1+99。

4.6.2.2 铅标准溶液:1 mL 含 0.1 mgPb。

4.6.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

电加热原子吸收光谱仪。

铅空心阴极灯。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 称取约 2.5 g 试样,精确至 0.000 2g,置于 250 mL 烧杯中,加少量水浸湿后分别加入 10 mL 盐酸、5 mL 硝酸。加热至沸腾,并保持微沸 10 min。冷却,加水至约 50 mL,过滤,并用硝酸溶液洗涤沉淀。将滤液及洗液收集于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为试液 C。

4.6.4.2 分别移取 20.00 mL 试液 C,置于四个 50 mL 容量瓶中,并依次加入 0.00、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铅标准贮备溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用微量进液装置将配好的试样注入发热炉,经干燥、灰化、原子化后,在 283.3 nm 处测其吸光度。以加入标准溶液的铅浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点即为所测试样中铅的含量。

4.6.5 分析结果的表述

铅的含量以质量分数 w_5 计,按式(9)计算:

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_3 \times 20/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m ——试样中铅质量的数值,单位为毫克(mg);

m_3 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.6.6 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 0.000 2%。

4.7 铬[Cr(VI)]含量的测定

4.7.1 方法提要

用氨水将 Al^{3+} 、 Cr^{3+} 生成氢氧化物或碱式盐,沉淀弃去。用原子吸收光谱法测定铬。

4.7.2 试剂与材料

4.7.2.1 氨水溶液:1+1。

4.7.2.2 甲基红指示剂:1 g/L 乙醇溶液。

4.7.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

原子吸收分光光度计。

铬空心阴极灯。

铬标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1mgCr。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 试样的制备

称取约 2.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解,加入 2 滴甲基红指示剂,在搅拌下用氨水溶液调节至溶液由红色变为黄色为止,加热至微沸,使沉淀凝聚。冷却后,转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用快速定性滤纸干过滤,滤液留作测定用。

4.7.4.2 工作曲线的绘制

移取 0.00、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含铬量为 0.00、0.10 mg、0.20mg、0.30 mg、0.40 mg,在仪器的最佳工作条件下,于波长 357.9 nm 处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的铬含量为横坐标,绘制标准曲线。

4.7.4.3 试样的测定

按标准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测定其吸光度,从标准曲线中求得相应的铬含量

4.7.5 分析结果的表述

铬的含量以质量分数 w_6 计,按式(10)计算:

$$w_6 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_4} \times 100 \quad \dots \dots \dots (10)$$

式中:

m ——曲线中查得铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_4 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.7.6 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 0.000 1%。

4.8 砷含量的测定(砷斑法)

4.8.1 方法提要

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡把 As(V)还原为 As(III),加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使 As(III)进一步还原为砷化氢,砷化氢气体与溴化汞试纸作用,产生棕黄色斑点,与标准色斑目视比较。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 水:GB/T 6682,三级。

4.8.2.2 无砷锌粒。

4.8.2.3 碘化钾。

4.8.2.4 硫酸溶液:1+1。

4.8.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。

4.8.2.6 砷标准溶液:1 mL 溶液含 0.001 mgAs。

将按 GB/T 602 配制的砷标准溶液稀释 100 倍。此溶液用时现配。

4.8.2.7 溴化汞试纸。

4.8.2.8 乙酸铅棉花。

4.8.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

定砷器:见 GB 610.1 图。

4.8.4 分析步骤

称取试样 1.00 g,精确至 0.01 g,置于定砷器的广口瓶中,加水至约 50 mL,使试料溶解。加入 4 mL 硫酸溶液、1 g 碘化钾及 2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 15 min。加入 3 g 无砷锌,立即将已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管塞紧于广口瓶上,于暗处放置 1 h。溴化汞试纸所呈黄色不得深于标准色。

标准色斑的制备:用移液管移取 3 mL 砷标准溶液,置于定砷器的广口瓶中,与试料同时同样处理。

4.9 镉含量的测定

4.9.1 方法提要

用原子吸收光谱法,在波长 228.8 nm 处以空气-乙炔火焰测定镉原子的吸光度,求出镉含量。

4.9.2 试剂的材料

4.9.2.1 硝酸溶液:1+1。

4.9.2.2 硝酸溶液:1+99。

4.9.2.3 镉标准贮备溶液;1 mL 含 0.1 mgCd。

称取 0.100 g 金属镉(99.9%以上),精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸溶液,加热驱除氮氧化物,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

4.9.2.4 镉标准溶液:1 mL 含 0.01 mgCd。

移取 10.00 mL 镉标准溶液贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.9.3 仪器、设备

一般实验用仪器。

原子吸收光谱仪。

镉空心阴极灯。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 分别移取 0.00、0.50 mL、1.0 mL、1.50 mL 镉标准溶液于四个 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列含镉量为 0.00、0.005 mg、0.010 mg、0.015 mg,在仪器最佳工作条件下,于 228.8 nm 波长处,以空白调零,测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标,相对应的镉含量吸光度为横坐标,绘制校准曲线。

4.9.4.2 称取约 2.5 g 试样,精确至 0.000 2g,置于 250 mL 烧杯中,加少量水浸湿后分别加入 10 mL 盐酸、5 mL 硝酸。加热至沸并保持微沸 10min。冷却,加水至约 30 mL,过滤,并用硝酸溶液(1+99)洗涤沉淀。将滤液和洗液收集于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。按校准曲线的同等仪器条件,以空白调零,测其吸光度,从校准曲线中求得 Cd 含量。

4.9.5 分析结果的表述

镉含量以质量分数 w_9 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_9 = \frac{m \times 10^{-3}}{m_5} \times 100 \dots\dots\dots (11)$$

式中:

m ——从校准曲线查出镉的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_5 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

4.9.6 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 0.000 05%。

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,每六个月至少进行一次型式检

验。其中氧化铝(以 Al_2O_3 计)、可溶氧化铝、过滤时间和酸不溶物等四项指标应逐批检验。

5.2 水处理剂用 铝酸钙应由生产厂的质量检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、产品名称、等级、净含量、批号和生产日期、产品符合本标准的证明和本标准编号。

5.3 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,验收时间为货到之日起一个月内。

5.4 每批产品不超过 120 t,每批产品为一个编号。

5.5 按 GB 12573 取样。每一编号取得的试料分为两等份,一份由检验部门按本标准进行检验,另一份密封保管两个月备查。

5.6 检验结果按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。检验项目如有一项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,该批产品为不合格。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,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 水处理剂用铝酸钙的包装应符合 GB 9774 标准,每袋净质量 50 kg,且不得少于标志质量的 98%,随机抽取 20 袋的总质量不得少于 1 000 kg。

6.2 水处理剂用铝酸钙包装袋上应有涂刷牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、等级、净含量、批号、侧面标志或生产日期、本标准号以及 GB 191 规定的“标志 6 怕雨”。

6.3 水处理剂用铝酸钙在运输过程中应有遮盖物,避免雨淋、受潮,并保持包装完整,标志清晰。

6.4 水处理剂用铝酸钙应贮存在通风干燥的库房内,产品贮存期为 3 个月。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3777—2005



水处理剂
二亚乙基三胺五亚甲基膦酸

Water treatment chemicals-Diethylenetriamine penamethylene phosphonic acid

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准的制定中,主要考虑了使用需要,参考了有关生产厂家的质量数据并进行了验证试验。

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位:南京化工学院武进水质稳定剂厂、河南省济源市清源水处理有限公司、江苏江海化工有限公司、常州市武进精细化工厂、常州源泉红光化工有限公司、常州姚氏同德化工有限公司、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:常春华、李琳、王志清、赵荣明、谈菊翰、何晓琴、顾青君。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC5)负责解释。

水处理剂 二亚乙基三胺五亚甲基磷酸

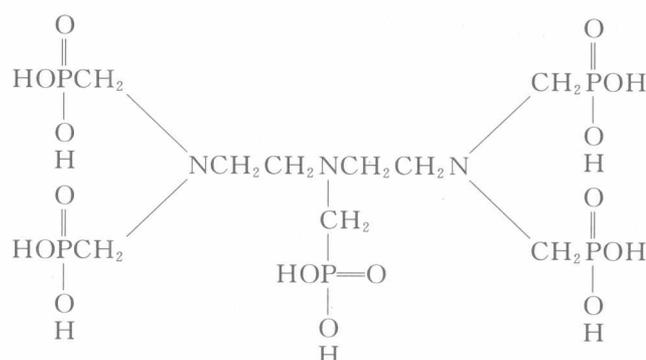
1 范围

本标准规定了水处理剂 二亚乙基三胺五亚甲基磷酸(DTPMP)的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装及安全要求。

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。

分子式: $C_9H_{28}N_3O_{15}P_5$

结构式:



相对分子质量:573.20(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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 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(ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982,NEQ)
- 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(neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:棕黄色或棕红色黏稠液体。

3.2 水处理剂二亚乙基三胺五亚甲基磷酸质量指标应符合表 1 要求。

表 1 二亚乙基三胺五亚甲基磷酸质量指标

项 目	指 标
活性组分(以 DTPMP 计)含量/%	≥ 50.0
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量/%	≤ 3.0

表 1(续)

项 目	指 标
pH(1%水溶液)	≤ 2.0
密度(20℃)/(g/cm ³)	1.35~1.45
氯化物(以 Cl ⁻ 计)含量/%	12~17
铁(以 Fe ²⁺ 计)含量/(μg/g)	≤ 35

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。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液及制品,在没有特殊注明时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

4.1 活性组分含量的测定

4.1.1 方法提要

二亚乙基三胺五亚甲基磷酸中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活性物含量。

4.1.2 试剂和材料

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

4.1.3 仪器和设备

自动电位测定仪或 pH 计带记录仪。

4.1.4 分析步骤

称取约 0.8 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 烧杯中,加水 80 mL。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。

4.1.5 结果的表示

活性组分含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{Vc(M/5)}{1\ 000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——两个突跃点间所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,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 ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——二亚乙基三胺五亚甲基磷酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=573.20$)。

4.1.6 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 0.5%。

4.2 亚磷酸含量的测定

4.2.1 方法提要

在 pH 7.0~7.5 的条件下,碘将亚磷酸根氧化成磷酸根,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

4.2.2 试剂和材料

- (1) 五硼酸铵($\text{NH}_4\text{B}_5\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$):饱和溶液。
- (2) 乙酸溶液: $c(\text{CH}_3\text{COOH})$ 约 6 mol/L。
- (3) 碘标准溶液: $c(1/2\text{I}_2)$ 约 0.1 mol/L。
- (4) 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L。
- (5) 可溶性淀粉溶液:10 g/L。

4.2.3 分析步骤

称取约 1.5 g 试样,精确至 0.2 mg。置于 250 mL 碘量瓶中,加入 50 mL 五硼酸铵饱和溶液。用移液管加入 25 mL 碘标准溶液,立即盖好瓶塞水封。于暗处在 $(25 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的水浴中放置 15 min,加入 5 mL 乙酸溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅黄色时,加入 1 mL~2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。同时做空白试验。

4.2.4 结果的表述

亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0 - V)c(M/2)}{1\,000 m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——测定试样时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g);
- M ——亚磷酸根摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=79.0$)。

4.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,平行测定结果的绝对值不大于 0.2%。

4.3 pH 值的测定

4.3.1 仪器和设备

一般实验室用仪器和

酸度计:精度为 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。

4.3.2 分析步骤

称量 (1.00 ± 0.01) g 试样,置于烧杯中,加适量的水,全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

将试液倒入烧杯中,置于磁力搅拌器上,将电极浸入被测溶液中,开动搅拌,在已定位的酸度计上读出 pH 值。

4.4 密度的测定(密度计法)

4.4.1 原理

由密度计在被测溶液中达到平衡状态时所浸没的深度读出该液体的密度。

4.4.2 仪器、设备

一般实验室用仪器和

- (1) 密度计:分度值为 0.001 g/cm^3 。
- (2) 恒温水浴:温度控制在 $(20 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 。
- (3) 玻璃量筒:250 mL。
- (4) 温度计: $0^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$,分度值为 0.1°C 。

4.4.3 分析步骤

在恒温(20°C)下的测定:

将试样注入清洁、干燥的量筒中,不得有气泡,将量筒置于 20°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,密度计的上端露在外面的部分所沾液体不超过 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℃ 时试样的密度。

4.5 氯化物的测定

4.5.1 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。

4.5.2 试剂和材料

- (1) 硝酸。
- (2) 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约 0.1 mol/L。
- (3) 酚酞指示剂:1 g/L 乙醇溶液。

4.5.3 仪器和设备

一般实验室仪器和

- (1) 电位滴定仪。
- (2) 双液型饱和甘汞电极。
- (3) 银电极。

4.5.4 分析步骤

移取约 0.5 g 试样,精确至 0.2 mg。置于 250 mL 烧杯中,加水 100 mL。加入 2 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠溶液调至溶液由无色刚好变为红色,放入搅拌子。将盛有试样的烧杯置于电磁搅拌器上,搅拌,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。

4.5.5 分析结果的表述

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:

$$w_3 = \frac{(V - V_0)cM}{1000m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- m ——试样质量的数值,单位为克(g);
- M ——氯摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

4.5.6 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 0.2%。

4.6 铁含量的测定

4.6.1 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 pH 2~9 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(510 nm)处,用分光光度计测其吸光度。

4.6.2 试剂和材料

- (1) 硫酸溶液:1+35。
- (2) 氨水溶液:1+3。
- (3) 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH=4.5。
- (4) 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

溶解 10 g 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)于水中并稀释到 100 mL。

(5) 邻菲罗啉溶液:5 g/L。

溶解 0.5 g 盐酸邻菲罗啉($C_{12}H_9ClN_2 \cdot H_2O$)于水中并稀释至 100 mL。

或将 0.42 g 邻菲罗啉($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)溶于含有 2 滴盐酸的 100 mL 水中。

(6) 铁标准贮备溶液:1 mL 含有 0.1 mg Fe。

(7) 铁标准溶液:1 mL 含有 0.01 mg Fe。

移取 10 mL 铁标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,此溶液现用现配。

4.6.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

分光光度计:带有光程为 3 cm 的吸收池。

4.6.4 校准曲线的绘制

分别取 0.00 mL(空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液于六个 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,加 0.50 mL 硫酸溶液调 pH 接近 2,加 2.0 mL 盐酸羟胺溶液,5.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,2.0 mL 邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,在分光光度计 510 nm 处,用 3 cm 吸收池,以试剂空白调零测其吸光度。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。

4.6.5 分析步骤

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.2 mg。置于 100 mL 容量瓶中,加水至约 40 mL,用硫酸溶液或氨水溶液调 pH 接近 2,加 2.0 mL 盐酸羟胺溶液,5.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,2.0 mL 邻菲罗啉溶液。用水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 15 min,在分光光度计 510 nm 处,用 3 cm 吸收池,以试样空白调零测其吸光度。

4.6.6 结果的表述

铁(Fe)含量以 w_4 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^3}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查出的试样中铁质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

4.6.7 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 $\mu\text{g/g}$ 。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目。需要时,生产厂应遵照附录 A 的方法鉴别并参照附录 B 提供产品的³¹P核磁共振谱图。

5.2 每批产品不超过 40 t。

5.3 水处理剂二亚乙基三胺五亚甲基膦酸应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

5.4 按 GB/T 6678 第 7.6 条的规定确定采样单元数。

5.5 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 1 000 mL,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。

5.6 按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。检验结果如有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样进行核验,核验结果有一项指标不符合本标准的要求时,整批产品为不

合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 水处理剂二亚乙基三胺五亚甲基磷酸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、净含量、厂址及 GB 191 规定的标志“3”向上。

6.2 每批出厂的水处理剂二亚乙基三胺五亚甲基磷酸都应附有质量合格证。内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净含量、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 水处理剂二亚乙基三胺五亚甲基磷酸采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净质量 25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净质量 200 kg。

6.4 运输过程中不得重压和剧烈碰撞。

6.5 运输时要严防暴晒,贮存在通风干燥的库房里。

6.6 水处理剂二亚乙基三胺五亚甲基磷酸的贮存期为十二个月。

7 安全要求

二亚乙基三胺五亚甲基磷酸对皮肤和眼睛有一定的腐蚀性和刺激性,操作人员进行作业时,应戴防护手套和眼镜,避免与皮肤直接接触。

附 录 A
(规范性附录)

二亚乙基三胺五亚甲基磷酸鉴别方法

A.1.1 方法提要

二亚乙基三胺五亚甲基磷酸含有五个磷原子,它在³¹P谱中具有特定的化学位移,与其他含磷化合物、异构体中的磷原子出峰位置有所不同。其特征化学位移和积分面积百分数应符合表 A.1 要求,特征谱图参见附录 B 图 B.1。

表 A.1 二亚乙基三胺五亚甲基磷酸的要求

化学位移 δ	归属	积分面积	面积百分数/%
约 11 其他位移	DTPMP 上的磷原子 试样中的杂质磷原子	A_x	>65

A.1.2 试剂和材料

A.1.2.1 二氧六环。

A.1.2.2 重水。

A.1.2.3 磷酸。

A.1.3 仪器、设备

A.1.3.1 傅里叶变换核磁共振仪,频率 300MHz 以上。

A.1.3.2 样品管:外径 10 mm,长度约 20 cm 管。

A.1.4 分析步骤

直接用原液测定,重水锁场。在反门控去偶、脉冲间隔为 30 s,65%磷酸作基准(外标 $\delta_0=0$)条件下进行测定。FID 信号不加窗函数(LB=0)处理。当主峰(DTPMP 峰)高度大至 30cm 时,其基座(峰底宽)不应超过 1.5 个化学位移单位,否则重新匀场,改善谱峰的分辨率。对于主峰基座上的小杂峰,当其积分值小于主峰面积的 0.5%时,可以不去修正它们对主峰的影响,否则须从主峰积分值中扣除这些杂质峰的影响。

积分面积 W_0 ,数值以%表示,按式(A.1)计算:

$$W_0 = \frac{A_x}{A_T} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A_x —— $\delta=12$ 主峰的积分面积;

A_T ——磷谱中全部峰的积分面积。

试样的谱图应与附录 B 图 B.1 吻合,积分面积应大于 65%。

附录 B

(资料性附录)

二亚乙基三胺五亚甲基磷酸³¹P 核磁共振谱图

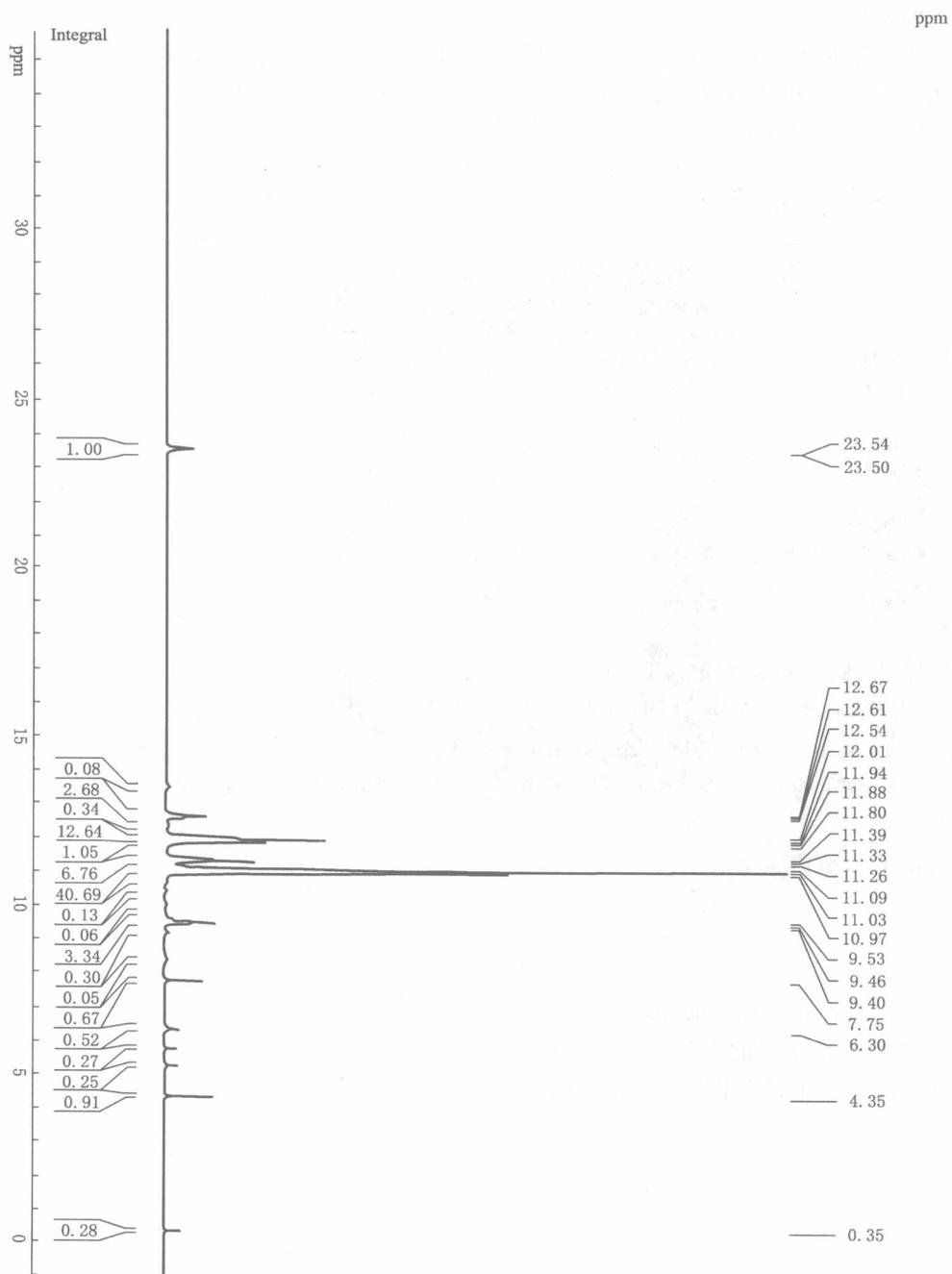


图 B.1 二亚乙基三胺五亚甲基磷酸³¹P 核磁共振谱图

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3779—2005

二氯异氰尿酸钠

Dichloroisocyanuric acid sodium salt

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准的制定中,主要考虑了使用需要,参考了有关生产厂的质量数据并进行了验证试验。

本标准由中华人民共和国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准起草单位:河北冀衡化学股份有限公司、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:李俊娟、白莹、邵宏谦、李琳。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC63/SC5)负责解释。

二氯异氰尿酸钠

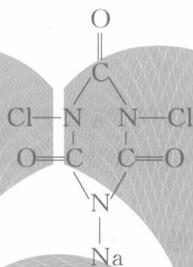
1 范围

本标准规定了二氯异氰尿酸钠产品的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存和
安全要求。

本标准适用于以氰尿酸、氢氧化钠、氯气为原料合成的二氯异氰尿酸钠。该产品主要用作生活饮用
水、工业用水、工业废水、城市污水的杀菌灭藻,也可用作漂白剂、羊毛防缩剂等。

分子式: $(C_3Cl_2N_3O_3)Na$

结构式:



相对分子质量: 219.95(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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 190 危险货物包装标志
- 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(ISO 6353/1:1982,NEQ)
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353/1:1982,NEQ)
- 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(neq ISO 3696:1987)

3 分类

二氯异氰尿酸钠按用途分为二类:

I类:生活饮用水处理用。

II类:工业用水、废水和污水处理等用。

4 技术要求

- 4.1 外观:白色粉末、颗粒及片剂。
- 4.2 二氯异氰尿酸钠应符合表 1 的要求。

表 1 要求

项 目	指 标			
	I 类		II 类	
	无水	含结晶水	无水	含结晶水
有效氯(以 Cl 计)含量/%	≥58.0	55.0~57.0	≥58.0	55.0~57.0
水分含量/%	≤3.0	10.0~15.0	≤3.0	10.0~15.0
pH 值(10 g/L 水溶液)	5.5~7.0		5.5~7.0	
水不溶物/%	≤	0.1	0.1	
砷含量(以 As 计)/%	≤	0.000 5	—	
重金属含量(以 Pb 计)/%	≤	0.001	—	

5 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。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

5.1 有效氯含量的测定

5.1.1 方法提要

试样在酸性介质中与碘化钾反应析出碘,以淀粉为指示剂用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,计算有效氯含量。

5.1.2 试剂和材料

- (1) 碘化钾。
- (2) 硫酸溶液:1+5。
- (3) 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L。
- (4) 淀粉指示液:5 g/L。

5.1.3 仪器、设备

一般实验室用仪器。

5.1.4 分析步骤

称取试样约 0.2 g,精确至 0.2 mg。置于 250 mL 碘量瓶中,加水 100 mL,摇动,使之溶解。加碘化钾 2 g,摇匀。再加入硫酸溶液 20 mL,水封,避光放置 5 min,用少许水冲洗瓶塞和瓶内壁,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈微黄色时,加入 2 mL 淀粉指示液,继续滴定至溶液蓝色刚好消失即为终点,同时做空白试验。

5.1.5 分析结果的表述

有效氯(以 Cl 计)含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

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

式中:

- V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液准确浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

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

5.1.6 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%。

5.2 水分的测定

5.2.1 方法提要

试样在(104±1)℃下恒温干燥至恒重时所失去的质量。

5.2.2 仪器、设备

(1) 称量瓶:内径50 mm,高30 mm。

(2) 烘箱:控温精度为±1℃。

(3) 干燥器。

5.2.3 分析步骤

用已于(104±1)℃烘干至恒重的称量瓶称取试样约2 g,精确至0.2 mg。于烘箱中在(104±1)℃下烘干至恒重,称量。

5.2.4 分析结果的表述

水分以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——干燥前称量瓶及试料质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后称量瓶及试料质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

5.2.5 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0.05%。

5.3 pH值的测定

5.3.1 仪器、设备

(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。

(2) 磁力搅拌器。

5.3.2 分析步骤

称取(1.00±0.01)g试样,全部转移至100 mL容量瓶中,用无二氧化碳水稀释至刻度,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。

5.4 水不溶物含量的测定

5.4.1 试剂和材料

(1) 水:GB/T 6682,三级。

(2) 硝酸银溶液:17 g/L。

5.4.2 仪器、设备

一般实验室仪器和

坩埚式过滤器:滤板孔径为5μm~15μm。

5.4.3 分析步骤

称取约10 g试样,精确至1 mg。置于250 mL烧杯中,加100 mL水溶解。立即用已于105℃~110℃下干燥至恒重的坩埚式过滤器过滤。用水洗涤至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。于105℃~110℃下干燥至恒重。

5.4.4 分析结果的表述

水不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_2 ——不溶物与坩埚式过滤器质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——坩埚式过滤器质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

注:试样溶解后立即过滤,因放置时间长,试样水解后放出[Cl],同时生成氰尿酸沉淀,不易过滤。

5.4.5 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0.05%。

5.5 砷含量的测定

5.5.1 方法提要

在酸性溶液中,用碘化钾和氯化亚锡将 As(V)还原为 As(III),加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使 As(III)进一步还原为砷化氢,砷化氢气体与溴化汞试纸作用时,产生棕黄色的汞砷化合物,可用于砷的目视比色法测定。

5.5.2 试剂和材料

- (1) 硫酸。
- (2) 盐酸。
- (3) 碘化钾。
- (4) 氯化亚锡溶液:400 g/L。
- (5) 氢氧化钠溶液:100 g/L。
- (6) 无砷锌粒。
- (7) 乙酸铅棉花。
- (8) 溴化汞试纸。
- (9) 砷标准贮备液:1 mL 含 0.1 mg As。
- (10) 砷标准溶液:1 mL 含 0.001 mg As。

移取 10.00 mL 砷标准贮备液置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀。临用时移取此溶液 10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.5.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

定砷器:同 GB/T 610.1 中 5.2 规定。

5.5.4 分析步骤

称取(0.40±0.01) g 试样,置于 100 mL 烧杯中,加入硫酸 3 mL,于电炉上缓慢加热至溶液刚好蒸干。取下,冷却至室温。用少许水溶解后转移至定砷器的广口瓶中。在另一定砷器的广口瓶中,加入 2.00 mL 砷标准溶液。分别加入 6 mL 盐酸,加水稀释至约 70 mL,加 1 g 碘化钾及 0.2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 10 min,各加 2.5 g 无砷锌粒,立即按 GB/T 610.1 中图装好装置,于暗处在 25℃~30℃ 下放置 1 h~1.5 h。比较溴化汞试纸的颜色,即可判定砷含量是否符合标准。

5.6 重金属(以 Pb 计)含量的测定

5.6.1 方法提要

铅离子与硫离子在乙酸介质中生成有色硫化铅沉淀,铅含量较低时,形成稳定的暗色悬浮液,可用于目视比色法测定。

5.6.2 试剂和材料

- (1) 硫酸。
- (2) 乙酸溶液:1+2。
- (3) 饱和硫化氢水。
- (4) 铅标准贮备液:1 mL 含 0.1 mg Pb。
- (5) 铅标准溶液:1 mL 含 0.005 mg Pb。

移取 5.00 mL 铅标准贮备液,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 分析步骤

称取(1.00±0.01) g 试样,置于 100 mL 烧杯中,加入硫酸 3 mL,于电炉上缓慢加热至溶液刚好蒸干。取下,冷却至室温。用少许水溶解后转移至 50 mL 比色管中。移取 2.00 mL 铅标准溶液置于另一比色管中。分别加入 0.2 mL 乙酸溶液,加水稀释至约 25 mL,加入 10 mL 新制备的饱和硫化氢水,摇匀,放置 10 min。比较其所呈暗色即可判定铅含量是否符合标准。

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 每批产品应不超过 50 t。
- 6.3 二氯异氰尿酸钠应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的二氯异氰尿酸钠都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。
- 6.4 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的二氯异氰尿酸钠产品进行验收。
- 6.5 按 GB/T 6678 第 7.6 条的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样,将所取的样品混匀(对于片剂产品,取样后将样品粉碎后混匀)。按四分法缩分至约 500 g,分装于两个清洁、干燥的双层塑料袋中,密封,贴上标签,注明:生产厂名称、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一袋用于检验,另一袋保存一个月备查。
- 6.6 检验结果按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。如检验结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中取样核验。核验的结果即使有一项指标不符合本标准要求时,整批产品不能验收。
- 6.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

7 标志、包装、运输、贮存

- 7.1 二氯异氰尿酸钠包装袋上应有牢固清晰的标志。注明:生产厂名称、产品名称、类别、净含量、批号或生产日期、商标和本标准编号以及 GB 190 中规定“氧化剂”、“腐蚀剂”和 GB/T 191 规定的标志 6“怕雨”。
- 7.2 二氯异氰尿酸钠采用耐酸包装。根据用户的要求确定包装单元的净含量,净含量的偏差应符合国家有关规定和要求。
- 7.3 二氯异氰尿酸钠在运输中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮,禁止与酸或碱及易氧化的有机物共运。
- 7.4 二氯异氰尿酸钠应贮存在阴凉、干燥处,防止日晒、雨淋、受潮,禁止与酸或碱及易氧化的有机物共贮。
- 7.5 二氯异氰尿酸钠的贮存期为一年。

8 安全要求

- 8.1 二氯异氰尿酸钠是强氧化剂,与易燃物接触可能引发水灾。
- 8.2 二氯异氰尿酸钠为腐蚀品,有刺激性气味,对眼睛、黏膜、皮肤等有灼伤危险,严禁与人体接触。如有不慎接触,则应及时用大量水冲洗,严重时送医院治疗。
- 8.3 操作人员应佩戴防护眼镜、胶皮手套等劳动防护用品。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3822—2006

聚天冬氨酸(盐)

Polyaspartic acid(salt)

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准根据聚天冬氨酸(盐)的生产及使用情况而制定。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位:石家庄开发区德赛化工有限公司、同济大学、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:朱传俊、李永广、张冰如、白莹、邵宏谦。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

聚天冬氨酸(盐)

1 范围

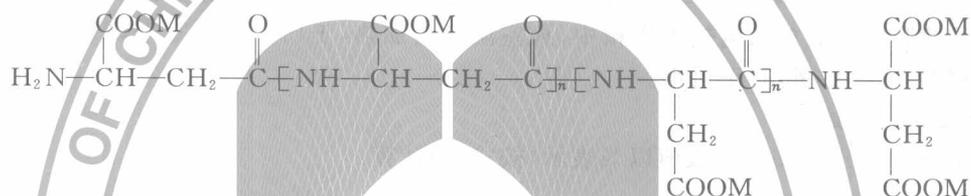
本标准规定了聚天冬氨酸(盐)产品的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于以L-天冬氨酸或马来酸酐为原料制得的聚天冬氨酸(盐),该产品主要作为阻垢分散剂使用,也可作为洗涤助剂和吸水剂使用。

分子式:



结构式:



$m \geq n$, M 为 H^+ 、 Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 等。

2 规范性引用文件

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(ISO 6353-1:1982,NEQ)

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(neq ISO 3696:1987)

GB/T 20778—2006 水处理剂可生物降解性能评价方法 CO_2 生成量法(ISO 9439:1999,MOD)

3 技术要求

3.1 外观:黄色至红棕色液体。

3.2 聚天冬氨酸(盐)应符合表1要求。

表 1

指标名称		指标
固体含量/%	\geq	30.0
密度(20℃)/(g/cm ³)	\geq	1.15
极限黏数(30℃)/(dL/g)		0.055~0.090
pH值(10 g/L溶液)		8.5~10.5
生物降解率/%	\geq	60

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。

试验中所需试剂及制品,在没有特殊注明时,按 GB/T 603 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: $d60\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

4.2.3 分析步骤

称量约 0.7 g 试样,精确到 0.2 mg,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 4 h,取出放入干燥器中冷却至室温,然后称量,直至恒重。

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:

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

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 ——试料的质量的数值,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 0.001 g/cm^3 。

4.3.2.2 恒温水浴:温度可控制在 $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

4.3.2.3 玻璃量筒:500 mL。

4.3.2.4 温度计: $0^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$,分度值为 0.1°C 。

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°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°C 试样的密度。

4.4 极限黏数的测定

4.4.1 方法提要

试样溶于硫氰酸钠溶液中,用乌氏黏度计测定其极限黏数。

4.4.2 试剂和材料

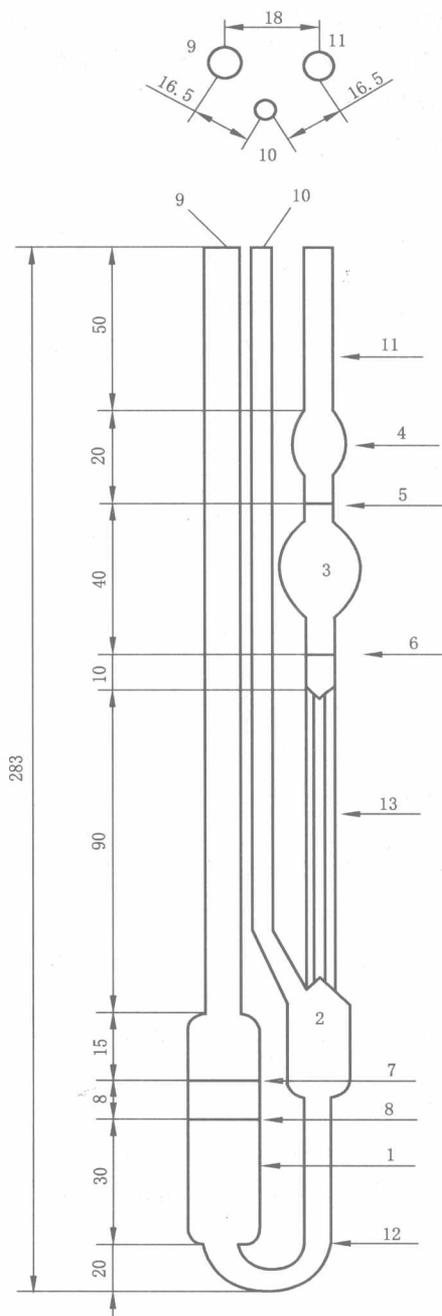
4.4.2.1 氢氧化钠溶液:80 g/L。

4.4.2.2 硫氰酸钠溶液:101 g/L。

4.4.3 仪器和设备

4.4.3.1 乌氏黏度计(如图 1):毛细管内径 $0.50\text{ mm}(\pm 2\%)$, $(30 \pm 0.3)^\circ\text{C}$ 时,蒸馏水流出计时标线 E、F 的时间为 100s 以上。

单位为毫米



1——低部贮球,外径 26 mm;2——悬浮水平球;3——计时球,容积 $3.0\text{ mL}(\pm 0.5\%)$;4——上部贮球;5、6——计时标线;
7、8——充装标线;9——架置管,外径 11 mm;10——下部出口管,外径 6 mm;11——上部出口管,外径 7 mm;
12——连接管,内径 $6.0\text{ mm}(\pm 5\%)$;13——工作毛细管,内径 $0.50\text{ mm}(\pm 2\%)$ 。

图 1 乌氏黏度计

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: $0^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$,分度值为 0.1°C 。

4.4.3.4 秒表:最小分度值 0.1s。

4.4.3.5 培养皿:d85 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。将洁净干燥的乌氏黏度计垂直置于(30±0.3)℃的恒温水浴中,经 G₃ 玻璃烧结漏斗加入硫氰酸钠溶液至黏度计充装标线 7 和 8 刻度之间为止,恒温 10 min~15 min。用洗耳球将硫氰酸钠溶液吸入球 3 标线 5 以上,用秒表测定硫氰酸钠溶液流过计时标线 5、6 的时间,连续测定三次,误差不超过 0.2s,取其平均值,以 t₀ 表示。

4.4.4.2 试液的制备及测定。称取试样 5 g 于培养皿中,置于烘箱中,从室温升温,在(120±2)℃烘至恒重。

称取 0.8 g~1.0 g 干燥的试样,精确至 0.2 mg。用硫氰酸钠溶液溶解,移入 100 mL 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黏度计内,待液面达 7 和 8 之间为止,以下步骤按(4.4.4.1)中自“恒温 10 min~15 min……”开始操作至“不超过 0.2 s”为止。取其平均值,以 t 表示。

4.4.5 分析结果的表述

以 dL/g 表示的极限黏数[η]按式(2)计算:

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

式中:

η_{sp}——增比黏度,η_{sp}=(t-t₀)/t₀;

η_r——相对黏度,η_r=t/t₀;

c——试液的浓度的数值,单位为克每分升(g/dL);

t₀——硫氰酸钠溶液流过黏度计计时标线 E、F 的时间的数值,单位为秒(s);

t——试液流过黏度计计时标线 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 0.006 dL/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±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。

4.5.1.2 磁力搅拌器。

4.5.2 分析步骤

称取(1.00±0.01)g 试样,全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。将试液倒入清洁、干燥的 100 mL 烧杯中,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 生物降解率的测定

按 GB/T 20778—2006 进行测定。

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、极限黏数、pH 等四项指标项目应逐批检验。

5.2 每批产品应不超过 20 t。

5.3 聚天冬氨酸(盐)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 1 000 mL,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(盐)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(盐)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(盐)采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净质量 25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净质量 200 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(盐)的贮存期为十个月。



附录 A

(资料性附录)

聚天冬氨酸(盐)红外吸收光谱图

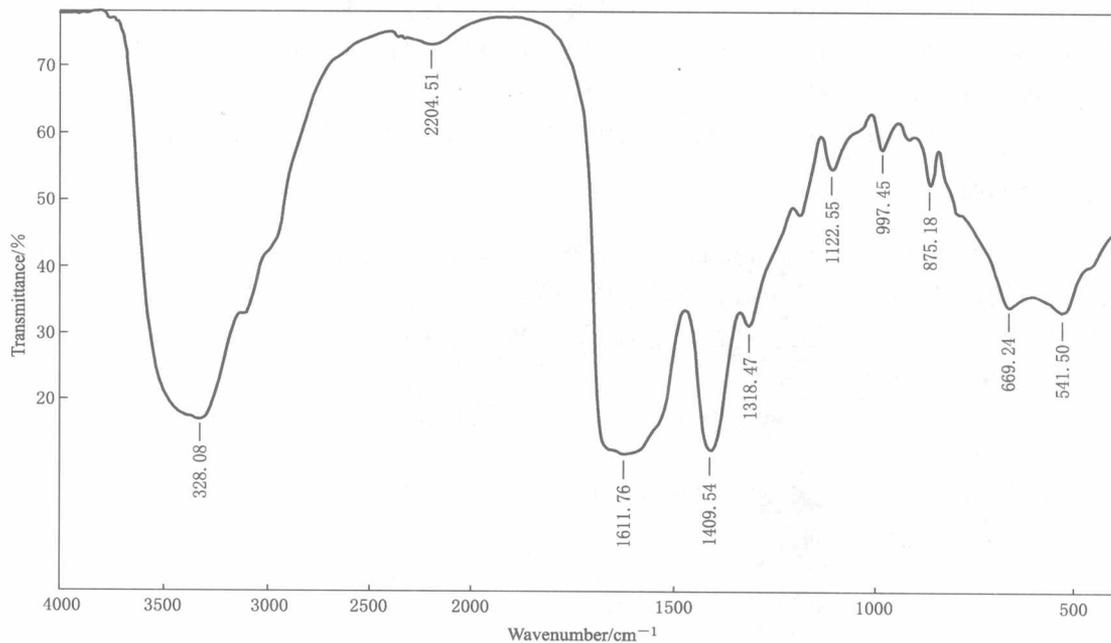


图 A.1 聚天冬氨酸(盐)红外吸收光谱图

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3823—2006

聚环氧琥珀酸(盐)

Polyepoxysuccinic acid(salt)

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准根据聚环氧琥珀酸(盐)生产及使用情况而制定。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院、同济大学、无锡艾科隆化学有限公司、北京联众大地科技有限公司、北京天擎化工有限责任公司、常州市海洁尔环保科技有限公司。

本标准主要起草人:朱传俊、白莹、张冰如、郑建伟、赵新、陈杰、金卫民。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

聚环氧琥珀酸(盐)

1 范围

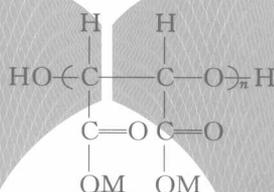
本标准规定了聚环氧琥珀酸(盐)产品的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于以马来酸酐为原料制得的聚环氧琥珀酸(盐),该产品主要作为阻垢分散剂、缓蚀剂及表面活性剂使用。

分子式:



结构式:



2 规范性引用文件

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(ISO 6353-1:1982,NEQ)

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(neq ISO 3696:1987)

GB/T 20778—2006 水处理剂可生物降解性能评价方法 CO₂生成量法(ISO 9439:1999,MOD)

3 技术要求

3.1 外观:无色或淡黄色液体。

3.2 聚环氧琥珀酸(盐)应符合表1要求。

表 1

指标名称	指 标
固体含量/%	≥ 35.0
密度(20℃)/(g/cm ³)	≥ 1.28
极限黏数(30℃)/(dL/g)	0.030~0.060
pH(10g/L水溶液)	≥ 7.0
生物降解率/%	≥ 60

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/T 603 之规定制备。

4.1 鉴别

4.1.1 方法提要

聚环氧琥珀酸(盐)中的碳原子在¹³C核磁共振谱图上有特定的化学位移,其特征化学位移和积分面积应符合表2要求,特征谱图参见附录A图A.1。

表2

化学位移 δ	归属	积分面积	面积百分数/%
~80	PESA 上的碳原子	A_x	>65
其他位移	其他碳原子		

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 二氧六环。

4.1.2.2 重水。

4.1.3 仪器和设备

4.1.3.1 傅利叶变换核磁共振仪:频率 300 MHz 以上。

4.1.3.2 样品管:外径 5 mm,长度约 18 cm。

4.1.4 分析步骤

将试样原液移入核磁共振测定专用样品管中。再加入封有重水的毛细管供锁场用。在宽带去偶、脉冲间隔为 3 s 的条件下进行测定。定标采用二氧六环间接标准($\delta=67.8$)。试样的谱图参见附录 A 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,将一定量的试样在烘箱中烘干,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

称量瓶: d 60 mm×30 mm。

4.2.3 分析步骤

称取约 0.7 g 试样,精确到 0.2 mg,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 ± 2) °C 下干燥 4 h,取出放入干燥器中冷却至室温,然后称量,直至恒重。

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:

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

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 ——试料的质量的数值,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 0.001 g/cm^3 。

4.3.2.2 恒温水浴:温度可控制在 $(20\pm 1)\text{ }^\circ\text{C}$ 。

4.3.2.3 玻璃量筒:500 mL。

4.3.2.4 温度计: $0\text{ }^\circ\text{C}\sim 50\text{ }^\circ\text{C}$,分度值为 $0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 。

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 $20\text{ }^\circ\text{C}$ 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,不得与筒壁接触。密度计的上端露在液面外的部分所占液体不得超出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 $20\text{ }^\circ\text{C}$ 试样的密度。

4.4 极限黏数的测定

4.4.1 方法提要

试样溶于硫氰酸钠溶液中,用乌氏黏度计测定其极限黏数。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 氢氧化钠溶液:80 g/L。

4.4.2.2 硫氰酸钠溶液:101 g/L。

4.4.3 仪器和设备

4.4.3.1 乌氏黏度计(如图1):毛细管内径 $0.50\text{ mm}(\pm 2\%)$, $(30\pm 0.3)\text{ }^\circ\text{C}$ 时,蒸馏水通过计时标线E、F的时间为100 s以上。

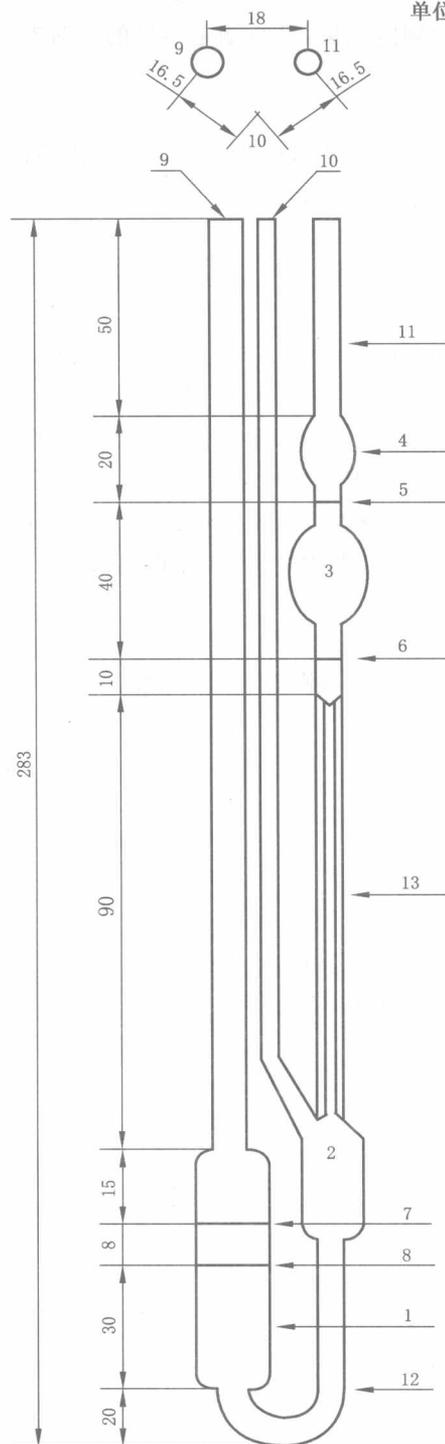
4.4.3.2 恒温水浴:温度可控制在 $(30\pm 0.3)\text{ }^\circ\text{C}$ 。

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

4.4.3.4 秒表:最小分度值0.1 s。

4.4.3.5 培养皿: $d85\text{ mm}$ 。

单位为 mm



- 1——低部贮球, 外径 26 mm;
- 2——悬浮水平球;
- 3——计时球, 容积 3.0 mL(±0.5%);
- 4——上部贮球;
- 5、6——计时标线;
- 7、8——充装标线;

- 9——架置管, 外径 11 mm;
- 10——下部出口管, 外径 6 mm;
- 11——上部出口管, 外径 7 mm;
- 12——连接管, 内径 6.0 mm(±5%);
- 13——工作毛细管, 内径 0.50 mm(±2%)。

图 1 乌氏黏度计

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 硫氰酸钠溶液流出时间的测定。将洁净干燥的乌氏黏度计垂直置于 $(30 \pm 0.3)^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中,经 G_3 玻璃烧结漏斗加入硫氰酸钠溶液至黏度计充装标线7和8之间为止,恒温10 min~15 min。用洗耳球将硫氰酸钠溶液吸入球3标线5以上,用秒表测定硫氰酸钠溶液流过计时标线5、6的时间,连续测定三次,误差不超过0.2 s,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5 g于培养皿中,用氢氧化钠溶液调节试样的pH值约9.0(用精密pH试纸检查)。然后放入电热干燥箱中,从室温升温,在 $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘至恒重。

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

加入经 G_3 玻璃烧结漏斗过滤的试液于洁净干燥的乌氏黏度计内,待液面达7和8之间为止,以下步骤按(4.4.4.1)中自“恒温10 min~15 min……”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表示的极限黏数 $[\eta]$ 按式(2)计算:

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

式中:

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

η_r ——相对黏度, $\eta_r = t / t_0$;

c ——试液的浓度的数值,单位为克每分升(g/dL);

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

t ——试液流过黏度计计时标线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0.006 dL/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 ± 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。

4.5.1.2 磁力搅拌器。

4.5.2 分析步骤

称取 (1.00 ± 0.01) g试样,全部转移到100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。将试液倒入清洁、干燥的100 mL烧杯中,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 生物降解率的测定

按GB/T 20778—2006进行测定。

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、极限黏数、pH等四项指标项目应逐批检验。

5.2 每批产品应不超过20 t。

5.3 聚环氧琥珀酸(盐)应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

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。

采样时先充分搅拌,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 1 000 mL。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 采用 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 当供需双方对产品质量发生异议时,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

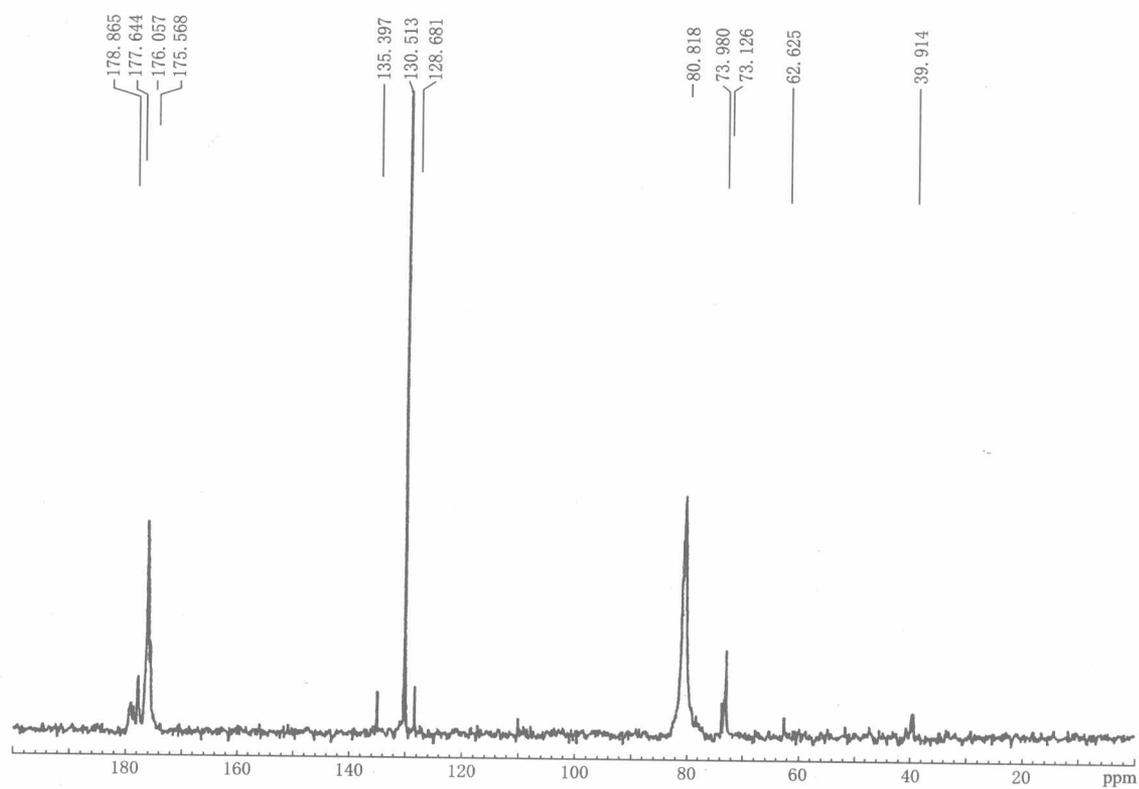
6.1 聚环氧琥珀酸(盐)的包装桶上应涂刷牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、产品质量符合本标准的证明、本标准编号及 GB/T 191 规定的标志 3“向上”。

6.2 每批出厂的聚环氧琥珀酸(盐)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、净质量及本标准编号。

6.3 聚环氧琥珀酸(盐)采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净重 25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净重 200 kg。

6.4 运输时防止曝晒,贮存在通风干燥的库房里。

6.5 聚环氧琥珀酸(盐)的贮存期为十个月。

附录 A
(资料性附录)聚环氧琥珀酸(盐)¹³C核磁共振谱图图 A.1 聚环氧琥珀酸(盐)¹³C核磁共振谱图

ICS 71.100.99
G 77
备案号: 18173—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3824—2006

苯骈三氮唑

Benzotriazole

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准非等效采用 ISO 3618:1994《摄影 化学处理药品 苯骈三氮唑的规范》和生产及使用情况制定而成。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位：南京顺恒信化工有限公司、如皋市金陵化工有限公司、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：魏元顺、黄奎生、李琳、白莹、邵宏谦。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

苯骈三氮唑

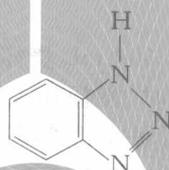
1 范围

本标准规定了苯骈三氮唑产品的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于以邻苯二胺与亚硝酸钠为原料制得的苯骈三氮唑,该产品主要作为有色金属的缓蚀剂,对黑色金属也有缓蚀作用。此外还可作为有机合成的中间体、摄影化学品和催化剂,以及测定银、铜和锌离子的试剂。

分子式: $C_6H_5N_3$

结构式:



相对分子质量: 119.13(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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(ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

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(neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:白色至微黄色针状结晶或粉末。

3.2 苯骈三氮唑应符合表 1 要求。

表 1

指 标 名 称		指 标
苯骈三氮唑含量/%	≥	99.0
水分/%	≤	0.1
灼烧残渣/%	≤	0.1
色度/Hazen	≤	40
熔点/℃		96~99

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,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 603 之规定制备。

4.1 苯骈三氮唑含量的测定

4.1.1 方法提要

将试样溶解后加入过量的硝酸银溶液,生成白色沉淀物,烘干至恒重,以沉淀物的质量计算苯骈三氮唑的含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 氨水溶液:1+1。

4.1.2.2 硝酸银溶液:100 g/L。

4.1.3 仪器和设备

坩埚式过滤器:G₄。

4.1.4 分析步骤

称取约 0.25 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 300 mL 烧杯中并用 10 mL 氨水溶液溶解。加入 50 mL 水后加热至 60 °C~90 °C。然后在搅拌的同时,慢慢加入 10 mL 硝酸银溶液。继续在 60 °C 时搅拌 15 min 后,冷却至室温,用预先烘干并恒重的坩埚式过滤器过滤。用水洗涤沉淀物六次,每次 10 mL,将带沉淀物的坩埚式过滤器在 105 °C~110 °C 下烘干至恒重。

4.1.5 分析结果的表述

苯骈三氮唑含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_2 - m_1)M_1/M_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_2 ——干燥后的沉淀物与坩埚式过滤器的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——预先恒重的坩埚式过滤器的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——苯骈三氮唑的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 119.13$);

M_2 ——苯骈三氮唑银盐的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 227.0$)。

4.1.6 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%。

4.2 水分的测定

4.2.1 方法提要

将试样称入培养皿中放入盛有浓硫酸的干燥器内,干燥 48 h 后称试样重,干燥后的所失质量与干燥前试样的质量之比为试样的水分含量。

4.2.2 仪器和设备

4.2.2.1 干燥器: d 300 mm~350 mm。

4.2.2.2 培养皿: d 80 mm。

4.2.3 分析步骤

称取 3 g~5 g 试样,精确到 0.2 mg,置于已称量的培养皿内。然后放入盛有浓硫酸的干燥器中(浓硫酸浓度需定期检测,若低于 95%则需要更换),放置 48 h 后取出称量。

4.2.4 分析结果的表述

水分含量以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_2 ——干燥后的试样与培养皿的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——培养皿的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,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0.02%。

4.3 灼烧残渣的测定

4.3.1 方法提要

试样在(600±50)℃的马弗炉中灼烧后,再用天平称出残渣的质量。

4.3.2 分析步骤

称取约2.0g试样,精确到0.2mg。置于已恒重的瓷坩埚中,在电炉上小心灰化至浓烟赶尽。然后将坩埚移入马弗炉中,在(600±50)℃下灼烧4h。取出,放入干燥器中冷却至室温,然后称量,直至恒重。

4.3.3 分析结果的表述

灼烧残渣含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——试样残渣与坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.3.4 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0.02%。

4.4 色度的测定

4.4.1 方法提要

乙醇溶解后的试样的颜色与标准铂-钴比色液的颜色目测比较,并以Hazen(铂-钴)颜色单位表示结果。Hazen(铂-钴)颜色单位即:每升溶液含1mg铂(以氯铂酸计)及2mg六水合氯化钴溶液的颜色。

4.4.2 仪器和设备

一般实验室仪器。

比色管:50 mL或100 mL。

4.4.3 试剂和材料

4.4.3.1 盐酸。

4.4.3.2 无水乙醇。

4.4.3.3 六水合氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

4.4.3.4 氯铂酸钾(K_2PtCl_6)。

4.4.3.5 色度标准贮备液(500Hazen单位)。

称取1.00g六水合氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)和1.245g的氯铂酸钾,用水溶解后加入100mL盐酸。然后转移至1000mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液置于带塞棕色玻璃瓶中可保存1年。

4.4.4 测定

4.4.4.1 称取5.00g试样,用无水乙醇溶解并稀释至50mL。同时向另一支比色管中注入40Hazen的标准铂-钴比色溶液至刻度。

4.4.4.2 比较试样与标准铂-钴比色溶液的颜色,即可判定。

4.5 熔点的测定

按 GB/T 617 进行测定。

5 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目。

5.2 苯骈三氮唑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。

5.3 每批产品不超过 2 t。

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。

采样时将采样器垂直插入到袋深的四分之三处采样。每袋所采样品不少于 100 g。将所采样品混匀,用四分法缩分至 500 g,分装于两个清洁、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 采用 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 当供需双方对产品质量发生异议时,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 苯骈三氮唑的包装袋上应涂刷牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、产品质量符合本标准的证明、本标准编号以及 GB 191 规定的标志 4“怕晒”。

6.2 每批出厂的苯骈三氮唑应附有质量合格证,内容包括:生产厂名、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及本标准编号。

6.3 苯骈三氮唑采用内衬双层塑料袋(黑色和白色)的编织袋包装,每袋净重 20 kg;或按用户要求进行包装。

6.4 运输时防止曝晒,贮存在阴凉干燥的库房里,避光保存。

6.5 苯骈三氮唑的贮存期为一年。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3925—2007



2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准依据国内企业生产现状和使用要求制定。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位：如皋市金陵化工有限公司、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：黄奎生、李琳、白莹、邵宏谦。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

甲基苯骈三氮唑

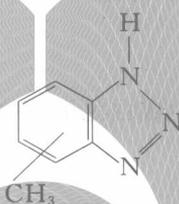
1 范围

本标准规定了甲基苯骈三氮唑产品的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准适用于以邻甲苯二胺与亚硝酸钠为原料制得的甲基苯骈三氮唑,该产品主要作为有色金属铜和铜合金的缓蚀剂,对黑色金属也有缓蚀作用。此外,还可作为有机合成的中间体、摄影化学品和催化剂。

分子式: $C_7H_7N_3$

结构式:



相对分子质量: 133.16 (按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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 (GB/T 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法 (GB/T 606—2003, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

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 (GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观: 白色颗粒或粉末。

3.2 甲基苯骈三氮唑应符合表 1 要求。

表 1

指 标 名 称	指 标
含量/%	≥ 99.5
色度/Hazen	≤ 45
水分/%	≤ 0.2
灼烧残渣/%	≤ 0.05
熔点/℃	80~86
pH 值	5.5~6.5

4 试验方法

本标准所用试剂和水,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,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 603 之规定制备。

4.1 含量的测定

4.1.1 方法提要

将试样溶解后加入过量的硝酸银溶液,生成白色沉淀物,过滤后烘干至恒重,以沉淀物的质量计算甲基苯骈三氮唑的含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 氨水。

4.1.2.2 氨水溶液:1+99。

4.1.2.3 硝酸银溶液:100 g/L。

4.1.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和

坩埚式过滤器:G₄。

4.1.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.2 mg,置于烧杯中,加入约 80 mL 水及 8 mL 氨水,待试样全部溶解后,用中速定量滤纸过滤。用 15 mL 氨水溶液冲洗烧杯 3 次,洗液与滤液收集在一起。然后在搅拌的同时,在滤液中慢慢加入 8 mL 硝酸银溶液。继续搅拌 30 min 后,用预先烘干并恒重的坩埚式过滤器过滤。用氨水溶液洗涤沉淀物六次,每次 5 mL,将带沉淀物的坩埚式过滤器在 105 ℃~110 ℃下烘干至恒重。

4.1.5 分析结果的表述

甲基苯骈三氮唑的含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_2 - m_1)M_1/M_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_2 ——干燥后的沉淀物与坩埚式过滤器的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——预先恒重的坩埚式过滤器的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——甲基苯骈三氮唑的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 133.16$);

M_2 ——甲基苯骈三氮唑银盐的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 240.03$)。

4.1.6 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%。

4.2 色度的测定

4.2.1 方法提要

乙醇溶解后的试样的颜色与标准铂-钴比色液的颜色目测比较,并以 Hazen(铂-钴)颜色单位表示结果。Hazen(铂-钴)颜色单位即:每升溶液含 1 mg 铂(以氯铂酸计)及 2 mg 六水合氯化钴溶液的颜色。

4.2.2 仪器和设备

一般实验室仪器和

比色管:25 mL 或 50 mL。

4.2.3 试剂和材料

4.2.3.1 盐酸。

4.2.3.2 无水乙醇。

4.2.3.3 六水合氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

4.2.3.4 氯铂酸钾(K_2PtCl_6)。

4.2.3.5 色度标准贮备液(500Hazen 单位)。

称取 1.00 g 六水合氯化钴和 1.245 g 的氯铂酸钾,用水溶解后加入 100 mL 盐酸。然后转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液置于带塞棕色玻璃瓶中可保存 1 年。

4.2.4 测定

4.2.4.1 称取 2.5 g 试样,精确至 0.2 mg。用无水乙醇溶解并稀释至 25 mL。同时向另一支比色管中注入 45 Hazen 的标准铂-钴比色溶液至刻度。

4.2.4.2 比较试样与标准铂-钴比色溶液的颜色,即可判定。

4.3 水分的测定

4.3.1 卡尔·费休法

按 GB/T 606 进行测定。

4.3.2 干燥法

4.3.2.1 方法提要

将试样称入培养皿中放入盛有浓硫酸的干燥器内,干燥 48 h 后称试样质量,干燥后的所失质量与干燥前试样的质量之比为试样的水分含量。

4.3.2.2 仪器和设备

4.3.2.2.1 干燥器: d 300 mm~350 mm。

4.3.2.2.2 培养皿: d 80 mm。

4.3.2.3 分析步骤

称取 3 g~5 g 试样,精确到 0.2 mg,置于已称量的培养皿内。然后放入盛有硫酸的干燥器中(硫酸浓度需定期检测,若低于 95%则需要更换),放置 48 h 后取出称量。

4.3.2.4 分析结果的表述

水分含量以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_2 ——干燥后的试样与培养皿的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——培养皿的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.3.3 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 0.02%。

4.4 灼烧残渣的测定

4.4.1 方法提要

试样在(600±25)℃的马弗炉中灼烧后,再用天平称出残渣的质量。

4.4.2 分析步骤

称取约3.0g试样,精确到0.2mg。置于已恒重的瓷坩埚中,在电炉上小心灰化至浓烟赶尽。然后将坩埚移入马弗炉中,在(600±25)℃下灼烧2h。取出,放入干燥器中冷却至室温,然后称量,直至恒重。

4.4.3 分析结果的表述

灼烧残渣含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——试样残渣与坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.4.4 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0.02%。

4.5 熔点的测定

按GB/T 617进行测定。

4.6 pH的测定

4.6.1 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。

4.6.2 分析步骤

称取(0.50±0.01)g试样,加热使之全部溶解于100mL无二氧化碳的蒸馏水中,待试液冷至室温后,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 检验规则

5.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目。

5.2 甲基苯骈三氮唑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。

5.3 每批产品不超过3t。

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。

采样时将采样器垂直插入到袋深的四分之三处采样。每袋所采样品不少于100g。将所采样品混匀,用四分法缩分至500g,分装于两个清洁、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 采用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 当供需双方对产品质量发生异议时,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 甲基苯骈三氮唑的包装袋上应涂刷牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号

- 或生产日期、净质量、产品质量符合本标准的证明、本标准编号以及 GB/T 191 规定的标志 4“怕晒”。
- 6.2 每批出厂的甲基苯骈三氮唑应附有质量合格证,内容包括:生产厂名、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及本标准编号。
- 6.3 甲基苯骈三氮唑采用纸板桶或纸塑复合袋包装,每袋净质量 20 kg、25 kg;或按用户要求进行包装。
- 6.4 运输时防止曝晒,贮存在阴凉干燥的库房里,避光保存。
- 6.5 甲基苯骈三氮唑的贮存期为十二个月。



ICS 71.100.99
G 77
备案号:20497—2007

HG/T

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3926—2007

水处理剂 2-羟基膦酰基乙酸(HPAA)

Water treatment chemicals—2-Hydroxyphosphonoacetic acid

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准依据国内企业的生产现状及使用要求制定。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:江阴康爱特化工有限公司、常州市科威化工有限公司、常州江海化工有限公司、常州市武进精细化工厂有限公司、天津化工研究设计院、山东省泰和水处理有限公司、常州姚氏同德化工有限公司。

本标准主要起草人:颜正兴、白莹、袁丽娟、赵荣明、谈菊翰、王忠英、顾青君。

本标准委托全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)负责解释。

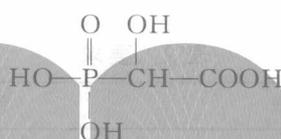
水处理剂 2-羟基膦酰基乙酸(HPAA)

1 范围

本标准规定了 2-羟基膦酰基乙酸的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、标签和包装。

本标准主要适用于以乙醛酸、甲醛、 PCl_5 为主合成的 2-羟基膦酰基乙酸。该产品主要作为水处理中的缓蚀阻垢剂用。

结构式：



分子式： $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}_6\text{P}$

相对分子质量：156.03(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

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 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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观为暗棕色液体。

3.2 水处理剂 2-羟基膦酰基乙酸应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		指 标
固体含量/%	≥	50.0
有机磷(以 PO_4^{3-} 计)/%	≥	25.0
磷酸(以 PO_4^{3-} 计)/%	≤	1.5
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)/%	≤	3.0
密度(20℃)/(g/cm ³)	≥	1.30
pH 值(10 g/L 水溶液)	≤	3.0

4 试验方法

本标准所用试剂和水,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 的规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

4.1 鉴别

4.1.1 方法提要

2-羟基膦酰基乙酸含有一个磷原子,它在³¹P谱中具有特定的化学位移,与其他含磷化合物、异构体中的磷原子出峰位置有所不同。其特征化学位移和积分面积百分数应符合表2要求,特征谱图参见附录A图A.1。

表2 要求

化学位移 δ	归属	积分面积	面积百分数/%
~14	HPAA 上的磷原子	A_x	≥ 80
其他位移	试样中的杂质磷原子		

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 二氧六环。

4.1.2.2 重水。

4.1.2.3 磷酸。

4.1.3 仪器、设备

4.1.3.1 傅利叶变换核磁共振仪:频率 300 MHz 以上。

4.1.3.2 样品管:外径 10 mm,长度约 20 cm 管。

4.1.4 分析步骤

直接用原液测定,重水锁场。在反门控去偶、脉冲间隔为 30 s,65%磷酸作基准(外标 $\delta_0=0$)条件下进行测定。FID 信号不加窗函数(LB=0)处理。当主峰(HPAA 峰)高度大至 30 cm 时,其基座(峰底宽)不应超过 1.5 个化学位移单位,否则重新匀场,改善谱峰的分辨率。对于主峰基座上的小杂峰,当其积分值小于主峰面积的 0.5%时,可以不去修正它们对主峰的影响,否则须从主峰积分值中扣除这些杂质峰的影响。

积分面积 w_0 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_0 = \frac{A_x}{A_T} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_x —— $\delta=12$ 主峰的积分面积;

A_T ——磷谱中全部峰的积分面积。

试样的谱图应与附录 A 图 A.1 吻合,积分面积应大于 85%。

4.2 固体含量的测定

4.2.1 方法提要

在一定温度下,将试样置于电热干燥箱内烘干。

4.2.2 仪器和设备

一般实验室仪器和

称量瓶: d 60 mm \times 30 mm。

4.2.3 分析步骤

用预先于(120±2)℃干燥至恒重的称量瓶,称取约1.0g试样,精确至0.2mg,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±2)℃干燥4h,称量。

4.2.4 结果计算

固体含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

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 ——试料的质量的数值,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0.30%。不同试验室测定结果之差不大于0.50%。

4.3 有机磷含量的测定

4.3.1 方法提要

在酸性介质条件下,有机磷酸盐经过硫酸钾分解成正磷,利用钼酸铵、酒石酸锑钾和正磷反应生成黄色的磷钼杂多酸络合物,用抗坏血酸还原成锑磷钼蓝,使用分光光度计,于最大吸收波长(710 nm)处测定吸光度。得出总磷含量。减去正磷酸、亚磷酸的含量后得出有机磷含量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 甲酸。

4.3.2.2 钼酸铵。

4.3.2.3 抗坏血酸。

4.3.2.4 磷酸二氢钾。

4.3.2.5 酒石酸锑钾。

4.3.2.6 乙二胺四乙酸二钠。

4.3.2.7 硫酸溶液:1+35。

4.3.2.8 过硫酸钾溶液:40 g/L。

4.3.2.9 钼酸铵溶液:6 g/L。

称取3g钼酸铵溶于200mL水中,加入0.1g酒石酸锑钾和42mL浓硫酸,冷却后用水稀释至500mL,混匀。贮存于棕色瓶中,保存期15天。

4.3.2.10 抗坏血酸溶液:17.6 g/L。

称取8.8g抗坏血酸溶于约50mL水中,加入0.10g乙二胺四乙酸二钠及4mL甲酸,用水稀释至500mL,混匀。贮存于棕色瓶中,保存期15天。

4.3.2.11 磷酸盐标准溶液:1 mL含有0.02 mg PO_4^{3-} 。

按GB/T 602配制后,用移液管移取20.00 mL,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液用时现配。

4.3.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

分光光度计:带有厚度为1 cm的吸收池。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 校准曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL(试剂空白溶液)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 磷酸盐标准溶液。分别加水至约 25 mL,各加 5.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。使用分光光度计,用 1 cm 吸收池,在 710 nm 波长处,以试剂空白调零测其吸光度。以磷酸根含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.3.4.2 试样溶液的制备

称取 1.0 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 1 000 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试液 A。移取 10.00 mL 试液 A 于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试液 B。

4.3.4.3 测定

移取试液 B 10.00 mL 于 100 mL 锥形瓶中。加 1 mL 硫酸溶液、5 mL 过硫酸钾溶液,加水至约 40 mL 加热煮沸 30 min~40 min 至近干,取下冷却至室温,转移至 50 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 钼酸铵溶液、3.0 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。使用分光光度计,用 1 cm 吸收池,在 710 nm 波长处,以试剂空白调零测定吸光度。

4.3.5 结果计算

总磷(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times (10/1\ 000) \times (10/500)} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试液吸光度从校准曲线上查出的磷酸根的量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

有机磷(以 PO_4^{3-} 计)含量以质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_3 = w_2 - w_4 - 1.203w_5 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_2 ——总磷的质量分数的数值, %;

w_4 ——磷酸盐的质量分数的数值, %;

w_5 ——亚磷酸盐的质量分数的数值, %。

4.3.6 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 0.5%。

4.4 磷酸盐含量的测定

4.4.1 方法提要

在酸性条件下,正磷酸和钼酸铵反应生成黄色的磷钼杂多酸,用抗坏血酸还原成磷钼蓝,使用分光光度计,用 1 cm 吸收池,在 710 nm 波长处,以试剂空白调零测定吸光度。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 甲酸。

4.4.2.2 钼酸铵。

4.4.2.3 抗坏血酸。

4.4.2.4 磷酸二氢钾。

4.4.2.5 酒石酸锑钾。

4.4.2.6 乙二胺四乙酸二钠。

4.4.2.7 钼酸铵溶液:6 g/L。

同 4.3.2.9。

4.4.2.8 抗坏血酸溶液:17.6 g/L。

同 4.3.2.10。

4.4.2.9 磷酸盐标准溶液:1 mL 含有 0.02 mg PO_4^{3-} 。

同 4.3.2.11。

4.4.3 仪器、设备

一般实验室仪器和
分光光度计:带有厚度为 1cm 的吸收池。

4.4.4 分析步骤

移取试液 A 5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,以下按 4.3.4.3 中“加入 5.0 mL 钼酸铵溶液……”操作。

4.4.5 结果计算

磷酸盐含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_2 \times 10^{-3}}{m \times (5/1000)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_2 ——根据测得的试液 A 的吸光度从校准曲线上查出的磷酸根的量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.4.6 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差值不大于 0.1%。

4.5 亚磷酸盐含量的测定

4.5.1 方法提要

在 pH 7.0~7.5 的条件下,碘将亚磷酸根氧化成磷酸根,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 五硼酸铵($\text{NH}_4\text{B}_5\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$):饱和溶液(25℃)。

4.5.2.2 硫酸溶液:1+3。

4.5.2.3 氢氧化钠溶液:40 g/L。

4.5.2.4 碘标准溶液: $c(1/2\text{I}_2)$ 约 0.1 mol/L。

4.5.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L。

4.5.2.6 淀粉指示液:10g/L。

4.5.3 分析步骤

移取 25.00 mL 试液 A 于 250 mL 碘量瓶中。用氢氧化钠溶液调至 pH6~7,加入 12 mL 五硼酸铵饱和溶液,用移液管加入 25.00 mL 碘标准溶液,盖好瓶塞,水封,于暗处放置 15 min,加入 15 mL 硫酸溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色时,加入 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失即为终点。同时做空白试验。

4.5.4 结果计算

亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{(V_0 - V)c \times \frac{M}{2} \times 10^{-3}}{m \times 25/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定中试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠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 ——亚磷酸根的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔质量(g/mol)($M=79.0$)。

4.5.5 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%。

4.6 密度的测定

4.6.1 方法提要

由密度计浸没在试样中达到平衡状态时所浸没的深度读出该试样的密度。

4.6.2 仪器和设备

4.6.2.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm^3 。

4.6.2.2 玻璃量筒:250 mL。

4.6.2.3 恒温水浴:温度控制在 $(20 \pm 1) \text{ }^\circ\text{C}$ 。

4.6.3 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 $20 \text{ }^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中,待试样温度恒定在 $20 \text{ }^\circ\text{C}$ 后,将清洁、干燥的密度计缓缓放入试样中,其下端应离筒底 2 cm 以上,不得与筒壁接触。密度计的上端露出在液面外的部分所沾液体不得超出 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 $20 \text{ }^\circ\text{C}$ 试样的密度。

4.7 pH 值的测定

4.7.1 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。

4.7.2 分析步骤

称取 $(1.00 \pm 0.01) \text{ g}$ 试样,全部转移到 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 检验规则

5.1 本标准表 1 规定的全部指标项目为型式检验项目,在正常生产情况下,生产厂应参照附录 A 提供的 ^{31}P 核磁共振谱图,每六个月至少进行一次型式检验。其中固体含量、有机磷含量、磷酸含量、亚磷酸含量、密度、pH 值应逐批检验。

5.2 水处理剂 2-羟基膦酰基乙酸应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.3 每批产品不超过 20 t。

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 1 000 mL,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。

5.6 按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。

5.7 检验结果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进行核验,核验结果有一项指标不符合本标准的要求时,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 水处理剂 2-羟基膦酰基乙酸的包装桶上应涂刷牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、本标准编号、厂址及 GB/T 191 规定的标志 3“向上”。

6.2 每批出厂的水处理剂 2-羟基膦酰基乙酸都应附有质量合格证。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净质量、批号或生产日期和本标准编号。

6.3 水处理剂 2-羟基膦酰基乙酸采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净质量 25 kg 或 250 kg 或依顾客要求

而定。

6.4 运输时要严防曝晒,贮存在阴凉干燥的库房里。

6.5 水处理剂 2-羟基膦酰基乙酸的贮存期为十二个月。

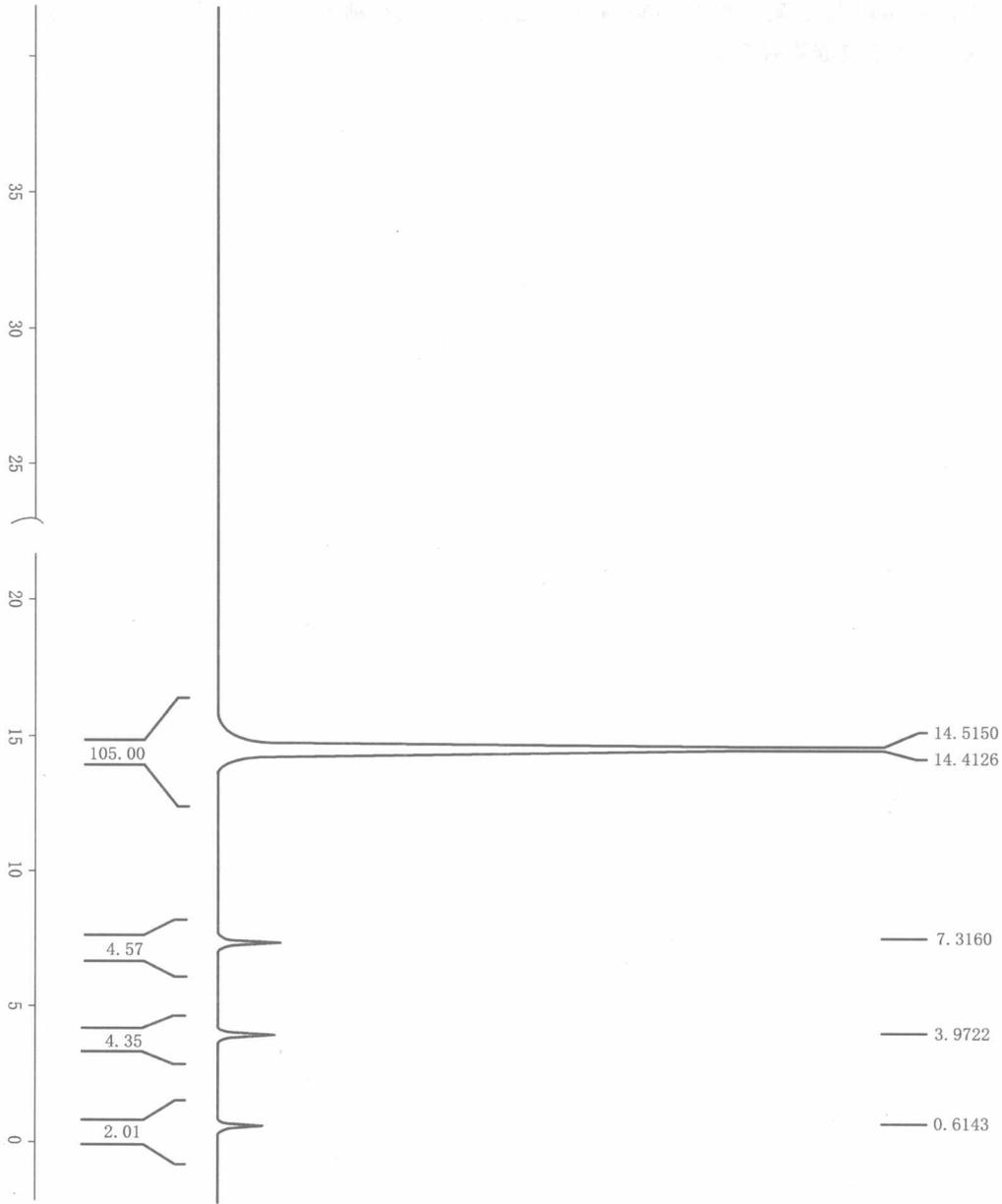
7 安全要求

水处理剂 2-羟基膦酰基乙酸对皮肤和眼睛有一定的腐蚀性和刺激性,操作人员进行作业时,应戴防护手套和眼镜,避免与皮肤直接接触。

附录 A

(资料性附录)

2-羟基膦酰基乙酸³¹P核磁共振谱图



HPAA 050922 020 31PNNR BRUKER ORX-500

图 A.1



河南清水源科技股份有限公司

——水处理剂专业生产商和出口商

公司简介 About us

做有益社会
服务全球的百年组织

河南清水源科技股份有限公司是省级高新技术企业，通过了质量管理体系、安全及环境管理体系认证；是十多项有机磷产品国家及行业标准的起草单位；专业从事工业循环水处理药剂等精细化学品的开发、研制、生产、销售及技术服务。公司产品广泛应用于冶金、电力、石化、针织印染等行业。

公司的研究所和中心实验室配备了有机合成、静态阻垢、动态模拟、腐蚀结垢监测、微生物实验、循环水弱酸树脂处理、循环水旁路挂片等实验装置；拥有从事化工工艺、有机合成、腐蚀与防护、油田化学、电厂化学、给排水工程等高级技术人员；可对用户的循环水处理系统进行全仿真模拟运行并提供运行参数；为客户提供配方筛选、药剂及杀菌剂评价、技术方案设计和现场培训等技术服务。

公司是国内主要的水处理剂制造商和出口商。公司采用国内大型水处理剂生产设备；拥有三氯化磷、亚磷酸原料分厂。

竭诚欢迎新老客户前来咨询惠顾。



主导产品

氨基三甲叉磷酸(ATMP)

己二胺四甲叉磷酸钠(EDTMPS)

二亚乙基三胺五亚甲基磷酸(DTPMP)

双1, 6-亚己基三胺五亚甲基磷酸(BHMTMPMPA)

聚合物: PAA、HPMA、AA/MA、AA/AMPS等

杀菌剂: 异噻唑啉酮, 优氯净, 1227, 溴氯海因,

各类复合缓蚀剂

羟基亚己二膦酸(HEDP)

己二胺四亚甲基磷酸六甲盐(HMDTMPA)

二亚乙基三胺五亚甲基磷酸二钠盐、七钠盐(DTPMP.2Na、DTPMP.7Na)

双1, 6-亚己基三胺五亚甲基磷酸钠(BHMTMPPh.PN)

缓蚀剂: 2-羟基膦酸基乙酸(HPAA), BTA, TTA等

三氯异氰尿酸(TCCA)

其它化学品: 亚磷酸, 三氯化磷、各种清洗剂及助剂

地址: 河南省济源市轵城镇

邮箱: sales@qywt.com.cn

电话: 0391-6089345 6082121

网址: www.qywt.com (英)

传真: 0391-6086299

www.qywt.com.cn (中)



河南科泰净水材料有限公司

(原巩义市芝田净化剂厂)

通过ISO 9001:2000国际质量管理体系认证企业

河南科泰净水材料有限公司(原巩义市芝田净化剂厂)是生产水处理药剂系列产品的股份制企业。公司面积16900m²,化验和检测设备齐全,年产聚氯化铝20000t、复合铝铁絮凝剂10000t、碱式氯化铝4000t、净水剂原材料——铝酸钙粉40000t,提供生产聚氯化铝的滚筒干燥机、精制无烟煤滤料、石英砂滤料,并可提供2000t/a、5000t/a和10000t/a的聚氯化铝生产线的全套技术与设备。

公司成立20年来,始终坚持“以产品质量求生存,以技术进步求发展”的经营战略方针,使生产工艺不断改进,生产规模逐步扩大,产品除销往国内大多省市的自来水公司及相关企业外,还出口泰国、越南、印度尼西亚、伊朗等亚洲诸多国家。

公司坚持“质量第一、用户至上”的原则,产品各项指标均达到GB 15892—2009《生活饮用水用聚氯化铝》和GB/T 22627—2008《水处理剂 聚氯化铝》。公司通过了ISO 9001:2000国际质量管理体系认证,产品在中国注册了“秋涛”牌商标。公司也是“全国混凝剂协会”和“巩义市净水剂协会”会员单位及净水剂聚氯化铝国家标准GB 15892—2009起草单位之一。

为您提供各种净水剂、专用设备和成套技术

- 聚氯化铝
- 碱式氯化铝
- 复合铝铁絮凝剂
- 聚丙烯酰胺微乳液
- 聚合硫酸铁
- 铝酸钙粉
- 聚氯化铝干燥机
- 管道伸缩器
- 精特制石英砂滤料
- 精特制无烟煤滤料

河南科泰净水材料有限公司

全国免费咨询电话 400-6596-336

地址:河南省巩义市芝田镇建业路 邮编:451252
电话:0371-64133458 64133756 64133753
传真:0371-64133086 64133753 64135986
网址: <http://www.qiutao.com> <http://www.hnktjs.com>
E-mail: qiutao@qiutao.com

联系人:周先生:15515869998
赵先生:13838343662
吕先生:13938406707
赵先生:13525597500

广州办事处
联系人:王建业
电话:020-86074693
手机:13763333581

吉林长春办事处
联系人:贾勃
电话:0431-96781419
手机:13019105783

海南琼海办事处
联系人:冯先生
手机:13876873365

昆明办事处
联系人:赵金宏
电话:0871-7367819
手机:13888897698

福建漳州办事处
联系人:胡志敏
手机:13063118519

广东揭阳办事处
联系人:程先生 赵先生
电话:0663-8227512
手机:13828161909

太仓市新星轻工助剂厂

企业简介

太仓市新星轻工助剂厂创建于1982年10月，位于太仓市浏河镇新塘新谊西路85号，注册资金1000万元人民币，法人代表卢钦能，占地面积100余亩，职工人数120人，2006年通过清洁生产审核，是江苏省民营科技企业。企业是国家标准《生活饮用水用聚氯化铝》、《水处理剂 聚氯化铝》，和行业标准《工业聚氯化铝》、《工业硫酸铝》、《水处理剂 硫酸铝》的主要起草单位。产品硫酸铝、聚氯化铝被评为苏州市名牌产品。企业是上海、苏州地区多家自来水公司混凝剂的主要供应商。企业管理理念：人才是宝、质量是金、发展是路、创新是魂。

企业主要生产产品为硫酸铝、聚氯化铝、聚硫酸氯化铝，其中硫酸铝年生产能力为30万t（液体）、聚氯化铝和聚硫酸氯化铝年生产能力为30万t（液体）。

企业执行ISO 9000质量管理体系已近10年，把质量管理理念落实于生产工艺的各个环节，加强过程控制，使每批产品质量都能符合标准。原材料的检验、成品、半成品的检验都有专门化验室进行检验。目前，化验室拥有检验人员5人，其中高级工程师1名，主要检验设备有：AA370MC原子吸收分光光度计1台、GA3202石墨炉1台、AF-610B原子荧光光谱仪1台、7522紫外光栅分光光度计1台、精密电子天平两台、干燥箱3台、HACHDR/2010分光光度计1台及其它检验设备，以上设备可以涵盖产品所需检验的各个元素。

企业下属永星运输有限公司是专业负责产品运输的单位，在运输过程中严格执行饮用水化学处理剂卫生规范的要求，不与其它物品混装、拼装。目前有运输汽车10辆，总吨位70t，船只5艘，总吨位为1200t。可为用户提供多种运输方式，以满足需求。

企业有专业的现场服务人员，提供各种水处理方案和药剂的筛选。



地址：太仓市浏河镇新塘区新谊西路85号

联系人：张越峰

电话/传真：0512 - 53620904

邮编：215436

E-mail: zhangyuefeng@263.net

淄博天水化工有限公司

同济大学环境工程学院、污染控制与资源化国家重点实验室技术成果转化和科研与生产基地

天水化工是针对淄博市引黄供水配套的集水处理药剂研发、生产、销售、水处理技术服务为一体的高科技绿色环保企业。公司拥有生活饮用水净水厂一座，水处理能力达到 25 万 t/d，以黄河水为源水，处理后水质达到国家饮用水标准。

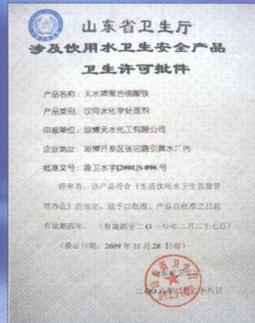
公司水处理剂液体年生产能力 3 万 t，固体年生产能力 1 万 t，是目前国内生产聚合硫酸铁的大型企业。公司采用国际先进的技术，独特的去除重金属离子的工艺，产品达到国家标准和美国供水协会标准，以及欧洲相应标准。公司是国家标准 GB 14591-2006《水处理剂 聚合硫酸铁》的主要起草单位之一。聚合硫酸铁产品自 2001 年起通过山东省卫生厅审查，并颁发“涉及饮用水卫生安全产品卫生许可批件”（鲁卫水字[2001]S 096 号）；聚氯化铝产品自 2006 年起通过山东省卫生厅审查，并颁发“涉及饮用水卫生安全产品卫生许可批件”（鲁卫水字[2006]S 010 号）。产品销售遍及全国各地，并出口欧洲、非洲、美洲和亚洲。

天水化工是中国化学学会会员单位、中国精细化工协会水处理剂分会常务理事单位、全国化学标准委员会水处理剂分会会员，可为用户提供优质高效的水处理药剂和全程的水处理技术服务。公司参与了多项水处理剂和各类工业循环水水质标准的审核、申报工作。

公司主导产品包括：

- 聚合硫酸铁（电厂、钢厂、造纸厂、自来水、印染厂等）
- 脱色絮凝剂（印染、制药、石墨等）系列产品
- 除油絮凝剂（钢铁、油田、石化等）系列产品
- 聚硅硫酸铝（电厂、钢厂、造纸厂、自来水、印染厂等）
- 聚硅硫酸铁（电厂、钢厂、造纸厂、自来水、印染厂等）
- 聚合氯化硫酸铁（电厂、钢厂、造纸厂、自来水、印染厂等）
- 复合高分子聚铁（电厂、钢厂、造纸厂、自来水、印染厂等）

天水公司以极具竞争力的价格
为您提供优质的产品和独特的服务！



地址：山东淄博市高新区张田路引黄供水管理局
邮编：255087
联系人：司杰 13953370818, 0533-8887740
于乃照 13864300782, 0533-3813706

传真：0533-8883597
网址：www.tianshuichem.com
E-mail: cleanwater_china@163.com



河北隆尧县隆科水处理有限公司

河北省隆尧县隆科水处理有限公司，位于隆尧县奎山南路，西邻京珠高速和京广铁路，交通便捷，地理位置优越，是集科研、生产、服务于一体化的现代化股份制企业。公司以先进的生产设备和科学管理完善的检测手段通过了ISO 9001国际质量管理体系认证。公司设有化学分析室、仪器室，可以提供常规水质分析、工业循环冷却水的水质稳定剂筛选。公司是北方专业生产PBTCA、PAPE（多元醇磷酸酯）的厂家，年产量在8000t以上，产品以优良的品质和合理的价位得到各界同行的好评，现已形成包括HEDP、ATMP、水解聚马来酸酐、PAAS电厂专用缓蚀阻垢剂、钢厂专用缓蚀阻垢剂杀菌灭藻剂、絮凝剂等从单剂到复合药剂门类齐全的产品体系。

公司严守“质量第一，诚信经营”的宗旨，期待与各界同仁的精诚合作，共同发展。

因专业而卓越
真诚合作 携手共进

主 产 品

2-膦酰基丁烷 1, 2, 4-三羧酸 PBTCA

多元醇磷酸酯 PAPE

羟基亚乙基二膦酸 HEDP

氨基三亚甲基膦酸 ATMP

水解聚马来酸酐 HPMA

聚丙烯酸钠 PAAS

电厂专用缓蚀阻垢剂

钢厂专用缓蚀阻垢剂

2-羟基膦酰基乙酸 HPAA

杀菌灭藻剂

十二烷基二甲基下基氯化铵 1227

异噻唑啉酮

稳定性二氧化氯杀菌剂（液体固体）

絮凝剂

聚氯化铝（固体液体）

聚丙烯酰胺（固体液体）

地址：河北省邢台隆尧县奎山路

公司电话：0319-6678518 6679691

网址：www.hebeilongke.com

传真：0319-6679691

邮编：055350

联系人：祝孟亮 手机：13831962399

www.hblongke.com

邮箱：longkezhu20091119@126.com

焦作市爱尔福克化工有限公司

公司简介

焦作市爱尔福克化工有限公司位于焦作市西部工业集聚区，成立于2004年。公司现有滚筒型聚氯化铝生产线一条、喷雾型聚氯化铝生产线两条，与国内知名科研机构合作的高纯固体（纳米）、液体聚氯化铝项目现正在建设当中，项目投产后公司年产将能达到10万t。公司主要产品还涉及硫酸铝、硫酸亚铁等多个系列。

由公司作为主要起草单位之一制定的《水处理剂 聚氯化铝》、《生活饮用水用聚氯化铝》两项国家标准已正式颁布实施。

公司生产的“绿洁”牌聚氯化铝性能优良，质量上乘，广泛适用于工业污水、生活污水、石油、造纸、医药和市政废水处理回用等领域，产品远销东南亚、欧洲等国际市场。

焦作市爱尔福克化工有限公司

地址：焦作市西部工业集聚区

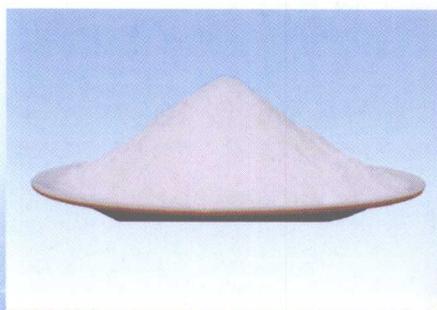
邮编：454191

电话：(0391)3126222 3126821

传真：(0391)3126555

网址：www.jzaefk.com

E-mail：aefk@sohu.com



江阴康爱特化工有限公司

JIANGYIN CONNECT CHEMICALS CO.,LTD.

C 公司简介 Corporation Profile



江阴康爱特化工有限公司是一家以专业生产水处理药剂的精细化学品企业，企业创办以来与国内大专院校、科研单位有着广泛的合作。企业具有先进的水处理剂生产的专业技术。其中以PBTC为主打产品。企业在不断消化吸收国外先进技术同时，以全部的技术、全新的装备，生产着高质量、高品位的六大系列水处理产品。

营销方面，企业借助于康爱特化工集团的营销优势，拥有广布全球的销售市场。

企业创办以来实施科技兴厂的经营战略思想，坚持外抓市场、内抓管理，走质量效益型的企业发展道路。企业成立以专家为核心的服务队伍，以技术服务拓展市场，采用先进的信息技术和应用经验，为大中型企业进行冷却水的处理方案、技改项目的设计、应用理论、技术咨询、现场开车指导等一条龙服务，同时研制生产性能优、针对性强的配方型产品，切实解决各客户应用系统出现的问题。企业为石化、化工、油田、轻工、电力、冶金、交通等行业提供一流的产品、一流的服务。

企业 20 多年的水处理药剂生产经验，以技术更新、工艺先进营造企业优势。企业主要产品PBTC、HEDP 等品质达到或超过国外先进水平，其它聚羟酸、磺酸盐类共聚物产品为同行业先进水平。

企业以质量优、品种齐、服务周到，真诚与每位客户合作，追求以用户满意为目标而竭尽所能。

企业位于山清水秀的江南水乡，紧靠沪宁铁路，京沪公路璜塘道口，交通便捷。热忱欢迎各界朋友前来光临做客，愿我们合作有成。



地址：江苏省江阴市祝塘镇工业园化工区

电话：0510-86381507

<http://www.connect-chem.com>

传真：0510-86381042

E-mail: yanzx@public1.wx.js.cn



东莞市华清净水技术有限公司

东莞市华清净水技术有限公司是一家具有高科技含量的净水剂生产基地，现有固定资产2000多万元，流动资金近2000万元。公司集各类净水药剂产品的研发、生产和销售于一体，目前主要产品有：聚氯化铝、复合聚氯化铝、聚氯化铝铁、高效复合聚氯化铝铁、高纯聚氯化铝（电量中和剂）、铝酸钙粉及结晶氯化铝。公司年生产能力可达20余万t，是目前国内较大的生产无机净水药剂系列产品的专业化公司，业务遍及全国十几个省市和地区。

公司凭借雄厚的经济基础、先进的生产技术、优良的产品质量、良好的社会信誉和优异的经营业绩，被评为“广东省高新技术企业”，“广东省民营科技企业”，“东莞市民营科技企业”，并被东莞理工学院定为校外实习基地。公司的科研项目“东莞樟村水质净化厂污泥资源化利用的研究”获东莞市科技局重点科技计划项目财政资助；科研项目“典型污染河道综合治理技术”在2006年粤港招标东莞专项中标，获政府财政资金重点支持科技攻关项目。公司是国家标准GB15892-2008《生活饮用水用聚氯化铝》的主要起草单位之一。

地址：广东省东莞市望牛墩镇杜屋工业区

邮编：523200

电话：0769-88513979

传真：0769-88513500

邮箱：huaqing6@163.com

网址：www.dg-huaqing.com

常州姚氏同德化工有限公司

简介

常州姚氏同德化工有限公司位于江苏省常州市武进区郑陆工业开发区，毗邻沪宁铁路、沪宁高速公路，交通便利。公司创办于 20 世纪 90 年代，是一家从事水处理剂研究、开发、生产、销售及应用服务的综合型大型工厂。公司拥有国内一流的生产装备，生产能力已超过 20000t，产品涉及水处理各个领域，已形成阻垢分散剂、阻垢缓蚀剂、杀菌剂、清洗预膜剂、絮凝剂等多个系列 80 多个产品，被广泛应用于石油、化工、冶金、电力、纺织、日化等行业。同时，公司已通过 ISO 9001、ISO 14001 认证。公司拥有一批多年从事水处理研究的技术人员，并与南京工业大学、南京大学等多所院校建立了长年合作关系，在新产品开发方面有较强的实力，能满足不断变化的市场需要，并且可以按照客户要求生产一些有特殊要求的产品，欢迎有识之士前来洽谈合作，共谋发展。

主要产品

HEDP(Na)_x、ATMP(Na)_x、EDTMP(Na)_x、DTPMP(Na)_x、PBTC(Na)_x、HPAA、HDTMP(K)_x(Na)_x、BHMT(Na)_x、PAPEMP(Na)_x、PSA 含醚双季胺盐高效杀生剂清洗剂、HPBA、PAA(S)、HPMA、AA/HPA 共聚、AA/MA 共聚、AA/AMPS/HPAA 共聚 PPMA、PESA、BTA、TTA、1227、十六烷基二甲基(2-亚硫酸)乙基铵、活性溴杀生剂、双季胺盐杀生剂、新型醛类杀生剂、缓释型杀菌灭藻剂、有机溴类杀菌剂。

技术服务

公司拥有一支现场经验丰富、熟悉药剂性能、了解各行业工艺特点的技术服务队伍，提供水质分析，确定加药方案，现场监测，提供方案设计。派员进行循环水系统的化学清洗、预膜及正常运行，并提供操作手册、分析手册等。

公司技术部提供下列技术服务：

1. 水质分析及垢样分析。
2. 为用户提供水处理的综合效果评定，包括动态模拟试验旋转挂片试验静态阻垢试验。
3. 技术培训：为用户培训水处理分析和日常管理人员。
4. 提供不停车化学清洗：利用最新研制的高效、低毒清洗剂，为用户提供不停车条件下除油、黏泥剥离、除锈垢处理及热态预膜处理，确保用户设备长周期运行。
5. 水处理药剂性能评定：提供碳酸钙、硫酸钙、磷酸钙、氢氧化锌性能评价。
6. 中央空调系统清洗提供适用空调系统的专用清洗剂、缓蚀剂、预膜剂、杀生剂，且提供全承包服务。
7. 提供水处理方案设计根据用户水质、工艺特点提供相应方案设计，并提供现场服务。
8. 提供钢铁、石化等水系统的总承包服务。
9. 提供循环水系统在线全自动加药设备。

常州姚氏同德化工有限公司

法人代表：姚斌 手机：13809075008

网址：www.chinatongde.com

E-mail：webmaster@chinatongde.com



协助用户实现节能减排

改善运行工艺条件 提高设备效能

提高设备效能和经济效益

推进环保

ISO 9001:2000



一个水处理化学品的**专业制造商**

一个水处理化学品的**专业服务商**

产品提供：
清洗剂
预膜剂
缓蚀剂
阻垢分散剂
缓蚀阻垢剂
杀菌灭藻剂
黏泥剥离剂
消泡剂
高分子絮凝剂
除油剂
破乳剂
相关助剂

服务提供：
整体解决方案
综合解决方案
现场技术服务
化学清洗实施

服务领域：
给水处理
循环冷却水处理
锅炉水处理
废水处理
生活水处理

化学清洗：
循环冷却水系统不停车化学清洗
各类换热单台设备水侧和物料侧化学清洗
新装置开车前物料侧管网化学清洗



上海东来企业有限公司
SHANGHAI WEILAI ENTERPRISE CO.,LTD.

上海市凯旋路3131号明申中心大厦807室 200030
电话：021-54071390 传真：021-54071396



山东省泰和水处理有限公司

好药剂 泰和造

- 目标客户：国内外水处理同行及经销商
- 提供产品定制、来样加工、免费复配服务，所有与生产相关的工作由泰和完成，您只需用心维护客户

- 免费提供产品研发、水质分析、配方筛选、运行方案制定、现场指导等全套的技术服务（现场服务是以客户的名义到终端用户）

有机磷系列阻垢缓蚀剂、螯合剂（液体及晶体）

氨基三甲叉磷酸 ATMP（固、液）	2-羟基膦酰基乙酸 HPAА
羟基乙叉二膦酸 HEDP（固、液）	多元醇磷酸酯 PAPE
乙二胺四甲叉磷酸 EDTMPA（晶体）	己二胺四甲叉磷酸 HDTMPA（晶体）
乙二胺四甲叉磷酸钠 EDTMP（固、液）	己二胺四甲叉磷酸钾盐 HDTMPA·K6
二乙烯三胺五甲叉磷酸 DTPMPA	双1, 6亚己基三胺五甲叉磷酸 BHMTMPA
2-膦酸丁烷1, 2, 4-三羧酸 PBTCA	2-膦酸丁烷-1, 2, 4-三羧酸四钠 PBTCA·Na4（晶体）
多氨基多醚基甲叉磷酸 PAPEMP	双1, 6-亚己基三胺五甲叉磷酸钠 BHMTPH·PN (Nax)

聚羧酸类阻垢分散剂

聚丙烯酸（钠） PAA（S）（30%、40%、50%）	绿色环保无磷缓蚀阻垢剂TH-684
水解聚马来酸酐 HPMA（较常规产品阻垢率高20%）	水性分散剂 TH-904
马来酸-丙烯酸共聚物 MA-AA	聚丙烯酸盐 TH-1100
膦酰基羧酸共聚物（POCA、PCA）	改性聚羧酸盐 TH-2000
丙烯酸-丙烯酸酯共聚物 T-225	羧酸盐-磺酸盐-非离子三元共聚物 TH-3100
丙烯酸-丙烯酸酯-磺酸盐共聚物 TH-613	聚天冬氨酸 PASP 聚环氧琥珀酸钠 PESA
丙烯酸-AMPS共聚物 AA/AMPS	丙烯酸-丙烯酸酯-膦酸-磺酸盐多元共聚物 TH-241

杀菌灭藻剂

十二烷基二甲基苄基氯化铵 1227（44、80、90%）	黏泥剥离剂 TH-409
异噻唑啉酮原液及标准液（14%、1.5%）	复合高效杀菌灭藻剂 TH-406
稳定性二氧化氯杀菌剂 ClO2（2%、4%、6%）	优氯净

复合缓蚀阻垢剂、清洗预膜剂

电厂循环水专用缓蚀阻垢剂	无磷缓蚀阻垢剂
钢铁、石化专用缓蚀阻垢剂	酸洗缓蚀剂
油田钡锶专用阻垢剂	铜缓蚀剂：BTA, TTA, MBT及其钠盐
油田回注水专用阻垢剂	不停车清洗预膜剂（不停车中性清洗）
密闭水缓蚀剂	低压锅炉专用缓蚀阻垢剂TH-500系列
低硬度水缓蚀阻垢剂	绿色环保型采暖水专用缓蚀阻垢剂

反渗透膜专用阻垢剂、分散剂

TH-0100（8倍浓缩液），THASD-200（11倍浓缩液），TH-150，TH-200，TH-191

其它

碳酰胺、无磷缓蚀阻垢剂（缓蚀阻垢效果俱佳 由天然物质加工而成 绿色环保）

销售经理：姚 娅 13561128550 0632-3460157 5113056

王祥臣 13969477720 0632-3460159 5113088

网 址：http://www.thwater.com

传 真：0632-3460156

E-mail: th@thwater.com

厂 址：山东省枣庄市市中区

策划编辑：王 昊
责任编辑：王 昊
封面设计：李冬梅
版式设计：张利华
责任校对：张京燕
责任印制：程 刚

销售分类建议：化工

ISBN 978-7-5066-5677-1



9 787506 656771 >

定价：168.00 元

[General Information]

书名=化学工业标准汇编 水处理剂与
工业用水水质分析方法 上

作者=全国化学标准化技术委员会水处
理剂分会，中国标准出版社第二编辑
室编著

页数=516

SS号=12493091

出版日期=2010.03

出版社=中国标准出版社

原书定价=168.00

主题词=化学工业 标准 中国 汇编 水
处理剂 化学分析 标准 中国 汇编
工业用水 水质分析 标准 中国 汇编
化学工业 水处理剂 化学分析 工业
用水 水质分析

参考文献格式=全国化学标准化技术委
员会水处理剂分会，中国标准出版社
第二编辑室编著.2009化学工业标准汇
编 水处理剂与工业用水水质分析方
法 上.北京市：中国标准出版社，
2010.03.

内容提要=本汇编收录了截至2009年
11月底批准发布的有关水处理剂与工

封面

书名

版权

前言

目录

水处理剂基础标准与通用方法

GB / T16881—2008水的混凝、沉淀试杯试验方法

GB / T22592—2008水处理剂pH值测定方法通则

GB / T22593—2008水处理剂 极限粘数测定方法通则

GB / T22594—2008水处理剂 密度测定方法通则

GB / T22596—2008水处理剂 铁含量测定方法通则

GB / T22598—2008水处理化学品铅含量测定方法

GB / T22599—2008水处理化学品砷含量测定方法

HG / T2160—2008冷却水动态模拟试验方法

HG / T2762—2006水处理剂产品分类和代号命名

HG / T3523—2008冷却水化学处理
标准腐蚀试片技术条件

HG / T3778—2005冷却水系统化学
清洗、预膜处理技术规则
水处理剂性能评价方法

GB / T16632—2008水处理剂阻垢
性能的测定 碳酸钙沉积法

GB / T18175—2000水处理剂缓蚀
性能的测定 旋转挂片法

GB / T20778—2006水处理剂可生
物降解性能评价方法CO₂生成量法

GB / T22595—2008杀生剂能效的
评价方法 异养菌

GB / T22626—2008水处理剂阻垢
性能的测定 磷酸钙沉积法

HG / T2024—1991水处理药剂阻垢
性能测定方法 鼓泡法

HG / T3924—2007锅炉水处理药剂
性能评价方法 动态法

水处理剂产品

GB4482—2006水处理剂 氯化铁

GB10531—2006水处理剂 硫酸亚
铁

GB / T10533—2000水处理剂 聚

丙烯酸

GB / T10535—1997水处理剂 水

解聚马来酸酐

GB / T13803.2—1999木质净水用

活性炭

GB14591—2006水处理剂 聚合硫

酸铁

GB15892—2009生活饮用水用聚氯

化铝

GB17514—2008水处理剂 聚丙烯

酰胺

GB / T20783—2006稳定性二氧化

氯溶液

GB / T22591—2008水处理剂双1，

6-亚己基三胺五亚甲基膦酸

GB / T22627—2008水处理剂 聚

氯化铝

GB / T23849—2009二溴海因

GB / T23854—2009溴氯海因

GB / T23856—2009二氯海因

HG2227—2004水处理剂 硫酸铝

HG / T2228—2006水处理剂 多元

醇磷酸酯

HG / T2229—1991水处理剂 马来

酸酐-丙烯酸共聚物

HG / T2230—2006水处理剂 十二
烷基二甲基苄基氯化铵

HG / T2429—2006水处理剂 丙烯
酸-丙烯酸酯类共聚物

HG / T2430—1993 (2004) 水处理
剂 阻垢缓蚀剂

HG / T2431—1993 (2004) 水处理
剂 阻垢缓蚀剂

HG / T2837—1997水处理剂 聚偏
磷酸钠

HG / T2838—1997水处理剂 聚丙
烯酸钠

HG / T2839—1997水处理剂 羟基
乙叉二膦酸二钠

HG / T2840—1997水处理剂 氨基
三甲叉膦酸 (固体)

HG / T2841—2005水处理剂 氨基
三亚甲基膦酸

HG / T3263—2001三氯异氰尿酸

HG / T3537—1999水处理剂 羟基
亚乙基二膦酸

HG / T3538—2003水处理剂 乙二
胺四亚甲基膦酸钠 (EDTMPS)

HG / T3541—2003水处理剂 结晶
氯化铝

HG / T3642—1999 (2007) 水处理
剂 丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙
磺酸类共聚物

HG / T3657—2008水处理剂 异噻
唑啉酮衍生物

HG / T3662—2000水处理剂2-磷酸
基-1, 2, 4-三羧基丁烷

HG3746—2004水处理剂用 铝酸
钙

HG / T3777—2005水处理剂 二亚
乙基三胺五亚甲基膦酸

HG / T3779—2005二氯异氰尿酸钠

HG / T3822—2006聚天冬氨酸 (盐
)

HG / T3823—2006聚环氧琥珀酸 (盐)

HG / T3824—2006苯骈三氮唑

HG / T3925—2007甲基苯骈三氮唑

HG / T3926—2007水处理剂2-羟基
膦酰基乙酸 (HPAA)