

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膦酸和(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 试验方法中所用试剂及制品的制备
 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
膦酸盐(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, % \leq	0.30	0.70
唑类(以 $\text{C}_6\text{H}_4\text{NHN} : \text{N}$ 计)含量, % \geq	0.80	0.50
固体含量, % \geq	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 膦酸盐含量的测定

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℃~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(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 1 000mL, 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 1 000mL, 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 0.000 2g, 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 1 000mL 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℃~30℃ 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℃~30℃ 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℃~30℃ 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℃, 于 120℃ \pm 2℃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。