



SH2604.07-2003

# SH

## 中国石油化工集团公司 水处理药剂采购验收标准

SH 2604.07—2003

---

### 水处理药剂 复合阻垢缓蚀剂

Water treatment chemicals—Complex scale corrosion inhibitor

2003-11-29 发布

2004-01-01 实施

---

中国石油化工集团公司 发布

## 前 言

本标准部分参考 HG/T 2431—1993 标准指标，本标准与国家化工行业标准的主要差异在：

1. 凡化工行业标准中规定了上下限的，本标准都不规定上限。有效成分、密度只规定下限值，杂质和 pH 指标只规定上限值。

2. 质量指标基本采用化工行业标准的一等品指标。

3. pH 测定均统一为 1.0% 水溶液。

4. 根据水处理技术的发展趋势，并结合环境要求，增加低磷(包括无磷)复合阻垢缓蚀剂的质量指标。目前国内用量较大、用户较多的含磷量在 6% 以上的常规复合阻垢缓剂总磷指标第一次提出控制上限是为了适应环保的要求，并推动全行业加大研究推广低磷和无磷复合阻垢缓蚀剂，逐渐限制或淘汰传统含磷较高的复合阻垢缓蚀剂。

本标准自实施之日起代替 SH 2604.07—1997 标准。

本标准由中国石油化工股份公司提出。

本标准由中国石油化工集团公司水处理药剂评定中心归口并负责起草。

本标准主要起草人：庞如振、金栋、樊大勇、张建枚、白桦、于丽华、董丽艳。

# 水处理药剂 复合阻垢缓蚀剂

## Water treatment chemicals—Complex scale corrosion inhibitor

### 1 范围

本标准规定了水处理剂 复合阻垢缓蚀剂的技术要求、试验方法及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于中国石油化工集团公司所属企业采购工业循环冷却水处理药剂——复合阻垢缓蚀剂时作质量验收用。

### 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—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

HG/T 2430 阻垢缓蚀剂Ⅱ

HG/T 2431 阻垢缓蚀剂Ⅲ

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

### 3 要求

#### 3.1 外观

无色或淡黄色透明液体，无沉淀。

#### 3.2 复合阻垢缓蚀剂应符合表 1 要求。

表 1

指 标 项 目	指 标	
	低磷或无磷阻垢缓蚀剂 <sup>①</sup>	常规阻垢缓蚀剂
膦酸盐(以 $\text{PO}_4^{3-}$ 计)含量, %	$\leq 4.0$	6.0 ~ 10.0
亚磷酸(以 $\text{PO}_3^{3-}$ 计)含量, %	$\leq 0.20$	0.40
唑类(以 $\text{C}_6\text{H}_4\text{NHN}$ 计)含量, %	$\geq 0.80^{\text{②}}$	$0.80^{\text{②}}$
固体含量, %	$\geq 28.0$	25.0
pH(1.0%水溶液)	$\leq 4.50$	
密度(20℃), $\text{g}/\text{cm}^3$	$\geq 1.12$	
① 针对循环水中的控制情况作相对调整。		
② 此指标为循环水系统有铜设备的要求，若无铜设备可不作要求。		

### 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、制剂在没有注明其他规定时,均按照 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

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。

#### 4.1 磷酸盐含量的测定

##### 4.1.1 方法提要

在酸性介质中,磷酸盐和亚磷酸盐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  $\text{PO}_4^{3-}$  计)含量,然后再减去磷酸(以  $\text{PO}_4^{3-}$  计)和亚磷酸(以  $\text{PO}_3^{3-}$  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  $\text{PO}_4^{3-}$  计)标准贮备液:1mL 溶液含有 0.500mg $\text{PO}_4^{3-}$ 。

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 0.0002g。置于烧杯中,加水溶解,移入 1000mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

4.1.2.2 磷酸盐(以  $\text{PO}_4^{3-}$  计)标准溶液:1mL 溶液中含有 0.020mg $\text{PO}_4^{3-}$ 。

吸取 20.00mL 磷酸盐标准贮备液于 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 15 天。

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

4.1.3.1 分光光度计:波长范围 400~800nm。

4.1.3.2 可调电炉:800W。

4.1.3.3 微波消解仪 CEM2100(或其他可调性微波消解仪)。

##### 4.1.4 分析步骤

###### 4.1.4.1 试液制备

(A)称量约 3.0g 试样(精确至 0.0002g),用水稀释后移至 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;

(B)吸取试液(A)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 $\text{PO}_4^{3-}$ 计)含量

吸取试液(B)20.00mL 于 50mL 锥形瓶中,加入 1mL 硫酸溶液、5mL 过硫酸铵溶液。在沸水浴中保持 40min 以上,至溶液体积为原来的 1/5,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、3mL 抗坏血酸溶液,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 $\text{PO}_4^{3-}$ 计)含量的测定

吸取试液(A)10.00mL 于 50mL 比色管中,加入 20mL 水,5mL 钼酸铵溶液、3mL 抗坏血酸溶液,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 $\text{PO}_4^{3-}$ 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、各加入 20mL 水,5mL 钼酸铵溶液、3mL 抗坏血酸溶液,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。以磷酸盐(以  $\text{PO}_4^{3-}$  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 以质量分数表示的总磷酸盐(以  $\text{PO}_4^{3-}$  计)含量, ( $X_{\text{总磷}}$ )按式(1)计算

$$X_{\text{总磷}} = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{500} \times \frac{20}{1000}} \times 100 = \frac{250m_1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查得试样溶液中总磷酸盐(以  $\text{PO}_4^{3-}$  计)的质量, mg;

$m$ ——试样的质量, g。

4.1.5.2 以质量分数表示的正磷酸盐(以  $\text{PO}_4^{3-}$  计)含量( $X_{\text{正磷}}$ )按式(2)计算

$$X_{\text{正磷}} = \frac{m_2 \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{500}} \times 100 = \frac{5m_2}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_2$ ——从工作曲线上查得试样溶液中正磷酸盐(以  $\text{PO}_4^{3-}$  计)的质量, mg;

$m$ ——试样的质量, g。

4.1.5.3 以质量百分数表示的磷酸盐(以  $\text{PO}_4^{3-}$  计)含量( $X_{\text{磷酸盐}}$ )按式(3)计算

$$X_{\text{磷酸盐}} = X_{\text{总磷}} - X_{\text{正磷}} - X_{\text{亚磷}} \times 1.203 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$X_{\text{亚磷}}$ ——从第 4.2 条测得的质量分数表示的亚磷酸盐(以  $\text{PO}_3^{3-}$  计)含量, %;

1.203——由亚磷酸盐(以  $\text{PO}_3^{3-}$  计)换算成磷酸盐(以  $\text{PO}_4^{3-}$  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, 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 pH = 6.5 ~ 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。

4.2.2.6 氢氧化钠溶液:  $c(\text{NaOH}) = 0.01\text{mol/L}$ 。

#### 4.2.3 分析步骤

##### 4.2.3.1 测定

称量 2.5g 试样(精确至 0.0002g)于碘量瓶中, 加入约 20mL 水, 用 0.01mol/L NaOH 溶液调 pH = 6.5 ~ 7.2, 再加入 12mL 硼酸铵饱和溶液, 15.00mL 碘溶液, 立即盖好瓶塞, 水封。于暗处放置 10 ~ 15min, 然后加入 15mL 硫酸溶液, 以硫代硫酸钠标准溶液滴定至浅黄色时, 加入 3mL 淀粉指示剂继续滴定至蓝色消失即为终点。

##### 4.2.3.2 空白试验

空白试验除不加试样外, 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

以质量分数表示的亚磷酸(以  $\text{PO}_3^{3-}$  计)含量( $X_{\text{亚磷}}$ )按式(4)计算

$$X_{\text{亚磷}} = \frac{(V_0 - V) \times c \times 0.03948}{m} \times 100 = \frac{(V_0 - V) \times c \times 3.948}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$V_0$ ——空白试验时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

$V$ ——滴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;

0.03948——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{mol/L}$ ] 相当的以克表示的亚磷酸(以  $\text{PO}_3^{3-}$  计)质量;

$m$ ——试样的质量, g。

#### 4.2.5 允许差

平行测定结果的算术平均值为测定结果, 测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

### 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:  $c(\text{KOH}) = 0.1\text{mol/L}$ ;

4.3.1.2 苯骈三氮唑标准溶液: 1mL 溶液含有  $0.1\text{mgC}_6\text{H}_4\text{NHN}=\text{N}$ 。

称量 0.1000g 苯骈三氮唑(精确至 0.0002g), 加入氢氧化钾溶液使之溶解, 全部转移至 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

#### 4.3.2 仪器和设备

一般实验室用仪器和

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 0.5g 试样(精确至 0.0002g), 用水溶解后全部转移至 1000mL 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 10 只 100mL 容量瓶依次加入 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00、7.00、8.00mL 苯骈三氮唑标准溶液、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样溶液中唑类(以  $\text{C}_6\text{H}_4\text{NHN}=\text{N}$  计)的质量, mg;

$m$ ——试样的质量, 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, 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 扁称量瓶  $\phi 60 \times 30\text{mm}$ 。

4.4.1.2 恒温干燥箱。

#### 4.4.2 分析步骤

称量约 0.8g 试样(精确至 0.0002g), 置于已恒重的称量瓶中, 小心摇动使试样自然流动, 于瓶内形成一层均匀的薄膜。放入干燥箱内, 逐渐升温至 120℃, 于 120℃ ± 2℃ 下干燥 6h, 取出放入干燥器内, 冷却至室温, 称量直至恒重。

#### 4.4.3 分析结果的表述

以质量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;

$m_2$ —干燥后试样与称量瓶的质量, g;

$m$ —试样的质量, 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, 测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

### 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, 配有酸玻璃电极及参比电极;

4.5.1.2 pH 标准缓冲溶液: pH ≈ 4.00;

#### 4.5.2 分析步骤

##### 4.5.2.1 试样溶液的制备

称取 1.00g 试样(精确至 0.01g), 置于烧杯中, 加水溶解, 移至 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

##### 4.5.2.2 测定

将试样溶液倒入 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 的标准缓冲溶液定位的酸度计测定溶液的 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, 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/cm<sup>3</sup>;

4.6.1.2 玻璃量筒: 250mL;

4.6.1.3 温度计: 0 ~ 50℃, 分度值为 1℃。

4.6.1.4 恒温水浴: 温度控制在 20.0℃ ± 0.1℃。

#### 4.6.2 测定步骤

将试样注入清洁、干燥的量筒中, 不得有气泡。于 20℃ 将清洁、干燥的密度计缓慢垂直地放入试样中, 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端的刻度, 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, 测定结果的绝对差值不大于 0.005g/cm<sup>3</sup>。

## 5 标志、包装、运输、贮存

5.1 水处理剂 复合阻垢缓蚀剂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。

5.2 每批出厂的水处理剂 复合阻垢缓蚀剂应附有质量合格证，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。

5.3 水处理剂 复合阻垢缓蚀剂采用聚乙烯塑料桶包装，每桶净重 25kg；或采用铁桶包装，每桶净重 200kg。

5.4 运输时防止曝晒，贮存在通风干燥的库房里。

5.5 水处理剂 复合阻垢缓蚀剂的贮存期为十个月。

---