

ICS 71.100.40

G 77

Q/SH

中国石油化工集团公司企业标准

Q/SH 0371—2010

水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧酸丁烷
技术要求



2010-06-28 发布

2010-09-01 实施

中国石油化工集团公司 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油化工股份有限公司科技开发部提出并归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司北京化工研究院燕山分院。

本标准主要起草人：张建枚、樊大勇、白桦、于丽华、马焕平、董丽艳。

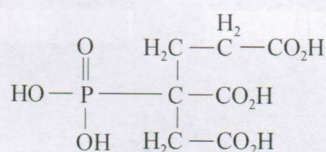
水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷技术要求

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 (PBTCA) 的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、安全。

该产品主要作为循环冷却水系统和油田注水系统的缓蚀阻垢剂, 反渗透系统阻垢剂, 洗涤行业中可作螯合剂及金属清洗剂。

结构式:



相对分子质量: 270.13 (按 2007 年国际相对原子质量)

本标准适用于水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷的准入、采购、质量监督检验、入库验收和性能评价。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件, 仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本 (包括所有的修改单) 适用于本文件。

GB/T 191 包装储运图示标志 (GB/T 191—2008, ISO 780:1997, MOD)

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 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 22592 水处理剂 pH值测定方法通则

GB/T 22594—2008 水处理剂 密度测定方法通则

HG/T 3662—2010 水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷

3 要求

水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷的技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 2-磷酸基-1,2,4-三羧基丁烷技术要求

项 目	指 标
外观	无色或淡黄色透明液体
活性组分（以 PBTCA 计）的质量分数/%	≥ 50.0
总磷（以 P 计）的质量分数/%	≥ 6.0
磷酸（以 PO_4^{3-} 计）的质量分数/%	≤ 0.20
亚磷酸（以 PO_3^{3-} 计）的质量分数/%	≤ 0.40
氯化物（以 Cl 计）的质量分数/($\mu\text{g/g}$)	≤ 10
铁含量（以 Fe 计）的质量分数/($\mu\text{g/g}$)	≤ 5
pH（10 g/L 水溶液）	1.6~2.0
密度（20℃）/(g/cm^3)	≥ 1.30
PBTCA 纯度的积分面积分数/%	≥ 89.0

4 试验方法

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 所规定的三级水。

除非另有说明，在分析中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 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 外观的测定

目测。

4.2 活性组分含量的测定

按 HG/T 3662—2010 中 4.2 规定进行或附录 A 的规定测定。结果有争议时，以附录 A 为仲裁方法。

4.3 总磷含量的测定

按 HG/T 3662—2010 中 4.2 规定进行。

4.4 磷酸含量的测定

按 HG/T 3662—2010 中 4.3 规定进行。

4.5 亚磷酸含量的测定

按 HG/T 3662—2010 中 4.4 规定进行或附录 B 的规定测定。结果有争议时，以附录 B 为仲裁方法。

4.6 氯化物含量的测定

按 HG/T 3662—2010 中 4.7 规定进行。

4.7 铁含量的测定

按 HG/T 3662—2010 中 4.8 规定进行。

4.8 pH 值的测定

按 GB/T 22592 规定进行。

4.9 密度的测定

按 GB/T 22594—2008 中第 3 章规定的方法进行。

4.10 纯度的测定

按 HG/T 3662—2010 中 4.1 规定进行。

5 检验规则

5.1 检验分类和检验项目

水处理剂2-磷酸基-1,2,4-三羧基丁烷产品的检验分为准入、入库、抽查和仲裁检验四类。

- a) 准入检验项目为规定的所有项目;
- b) 入库检验项目为总磷含量、亚磷酸盐含量、pH、密度;
- c) 抽查检验项目为磷酸盐含量和氯化物含量;
- d) 仲裁检验项目为PBTCA纯度。

5.2 每批入厂的产品应附产品检验报告单和产品合格证, 由质量检验部门按本标准要求进行检查。

5.3 产品按批进行检查, 以出厂的批为单位组批。

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, 用玻璃或聚乙烯塑料取样管插入桶深三分之二处采样, 总量不少于1000 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、采样日期和地点、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 8170 中修约值比较法进行判定。

5.6 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检查, 核实验结果有一项指标不符合本标准的要求时, 整批产品不合格。

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2-磷酸基-1,2,4-三羧基丁烷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、产品质量符合本标准的证明及标准命名和本标准编号、厂址及GB/T 191规定的“向上”和“怕热”标志。

6.2 每批出厂的水处理剂2-磷酸基-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、质量数据、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明及标准命名及本标准编号。

6.3 水处理剂2-磷酸基-1,2,4-三羧基丁烷采用聚乙烯塑料桶包装, 每桶净重25 kg、200 kg、250 kg或1000 kg。

6.4 运输时严防曝晒, 贮存在阴凉、通风干燥的库房里。避免与强碱并贮混运。

6.5 水处理剂2-磷酸基-1,2,4-三羧基丁烷的贮存期为十个月。

7 安全

水处理剂2-磷酸基-1,2,4-三羧基丁烷对皮肤和眼睛具有一定的腐蚀性和刺激性, 操作人员进行作业时配戴防护手套和眼镜, 避免与皮肤直接接触。

附录 A

(规范性附录)

活性组分的测定 微波消解重量法

A.1 范围

本附录规定了水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷中活性组分的测定试验方法。
本方法适用于水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷中活性组分的测定。

A.2 方法提要

2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷中含有机磷酸、正磷酸和亚磷酸。加入一定量硫酸和分解剂,加热分解(或用微波消解仪分解),均转化成正磷酸。加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、干燥、称重。计算出总磷含量。减去正磷酸、亚磷酸相当的磷含量后计算出活性组分。

A.3 试剂和材料

A.3.1 硫酸溶液: 1+4。

A.3.2 硝酸。

A.3.3 硝酸溶液: 1+1。

A.3.4 过硫酸钾。

A.3.5 柠檬酸。

A.3.6 钼酸钠。

A.3.7 丙酮。

A.3.8 喹啉(不含还原剂)。

A.3.9 喹钼柠酮溶液。

溶液A: 称取70 g(精确至0.01 g)钼酸钠,溶于150 mL蒸馏水中;

溶液B: 称取60 g(精确至0.01 g)柠檬酸,溶于150 mL蒸馏水和85 mL硝酸的混合溶液中;

溶液C: 在不断地搅拌下将溶液A小心地到入溶液B中;

溶液D: 在100 mL蒸馏水中加入35 mL硝酸,再加入5 mL喹啉,并搅拌均匀;

溶液E: 将溶液D缓慢倒入溶液C中混匀,放置24 h后,用坩埚式过滤器过滤,再加入280 mL丙酮,用蒸馏水稀释至1000 mL,混匀,贮存于聚乙烯瓶中,放于暗处,避光、避热,保存期为三个月。贮存期间若发现少量沉淀应用砂芯漏斗过滤后再用,若发现混浊,则需要重新配制。

A.4 仪器和设备

一般实验室仪器和以下仪器设备。

A.4.1 坩埚式过滤器: 滤板孔径 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

A.4.2 恒温水浴锅。

A.4.3 可控电炉: 500 W。

A.4.4 恒温电热干燥箱。

A.4.5 真空泵。

A.4.6 抽滤瓶: 1000 mL。

A.4.7 高脚烧杯: 300 mL。

A.4.8 微波消解仪: 220 V $\sim$ 240 V, 50 Hz, 2400 W。

A.5 分析步骤

A.5.1 试液的制备

称取试样约 5.0 g, 精确到 0.0002 g, 加蒸馏水溶解。全部转移至 500 mL 容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。此为试液 A, 供测定活性组分、正磷酸含量用。

A.5.2 测定

移取 10.00 mL 试液 A, 置于仪器自备 300 mL 高压聚乙烯消解瓶中, 加入 1.0 g 过硫酸钾, 并用少量蒸馏水冲洗, 用洗耳球把瓶壁上的水珠吹到瓶底, 盖上瓶盖, 放到仪器试样架上, 连接好仪器, 开始消解, 推荐的消解条件见表 A.1 要求或按仪器厂家的操作手册。

表 A.1 推荐的消解要求

Stage (阶段)	1	2
Power (功率) /%	20	80
PSI (压力) /psi	15	18
Time (时间) /min	5	15
TAP (温度) /℃	100	100
FAN (排风)	100	100

消解完成后, 把聚乙烯消解瓶中的溶液倒入 300 mL 高脚烧杯中, 并洗涤消解瓶 3 次~4 次 (每次约用 5 mL 蒸馏水), 洗涤液也倒入高脚烧杯中。

消解完后按如下处理方式处理: 加入 10 mL 硝酸溶液和 50 mL 喹钼柠酮溶液, 盖上表面皿, 静置 8 min~10 min, 不要晃动, 然后小心放入 (95±2)℃ 的恒温水浴中或电热板上, 保温 10 min~15 min, 取出冷却至室温。冷却过程中不要摇动。然后用预先于 (180±5)℃ 下恒重的坩埚式过滤器抽滤 (略带负压), 用蒸馏水洗涤高脚烧杯 4 次, 每次用蒸馏水约 10 mL, 沉淀全部转移至坩埚式过滤器后, 再用蒸馏水洗涤沉淀 4 次, 每次用蒸馏水约 5 mL, 将坩埚式过滤器连同沉淀置于恒温电热干燥箱中, 于 (180±5)℃ 下干燥 45 min, 取出冷却至室温, 称量, 直至恒重。同时做空白试验。

A.6 结果计算

活性组分 (以 PBTCA 计) 含量分两步计算:

总磷 (以 P 计) 含量以质量分数 w_1 计, 数值以 % 表示。按式 (A.1) 计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) M_1 / M_2}{m_0 \times (10/500)} \times 100 \quad (\text{A.1})$$

式中:

m_1 ——测定试样时生成磷钼酸喹啉沉淀的质量, 单位为克 (g);

m_2 ——空白试验时生成磷钼酸喹啉沉淀的质量, 单位为克 (g);

m_0 ——试料的质量, 单位为克 (g);

M_1 ——磷的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M_1=30.97$ g/mol);

M_2 ——磷钼酸喹啉的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M_2=2212.74$ g/mol)。

计算结果表示到小数点后二位。

活性组分 (以 PBTCA 计) 含量以质量分数 w_2 计, 数值以 % 表示。按式 (A.2) 计算:

$$w_2 = \left(w_1 - w_3 \frac{M_1}{M_2} - w_4 \frac{M_1}{M_3} \right) \frac{M_4}{M_1} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

w_1 ——总磷(以P计)含量;

w_3 ——4.4条测得的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量;

w_4 ——4.5条或附录B.5测得的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量;

M_1 ——磷的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) ($M_1=30.97 \text{ g/mol}$);

M_2 ——磷酸根的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) ($M_2=94.97 \text{ g/mol}$);

M_3 ——亚磷酸根的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) ($M_3=78.97 \text{ g/mol}$);

M_4 ——2-磷酸基-1,2,4-三羧基丁烷的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) ($M_4=270.13 \text{ g/mol}$).

计算结果表示到小数点后二位。

A.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.30%。不同实验室测定结果之差不得大于0.50%。

附录 B

(规范性附录)

亚磷酸含量的测定 碘量法

B.1 范围

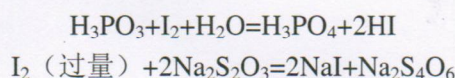
本附录规定了水处理剂2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷中亚磷酸含量的测定试验方法。

本方法适用于水处理剂2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷中亚磷酸含量的测定。

B.2 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。

反应式如下:



B.3 试剂和材料

B.3.1 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℃)。

B.3.2 氢氧化钠溶液: 约 1.0 mol/L。

B.3.3 碘标准溶液: $c(1/2\text{I}_2)$ 约 0.1 mol/L。

B.3.4 硫酸溶液: 1+3。

B.3.5 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。

B.3.6 淀粉指示液: 5 g/L。

B.4 分析步骤

称取 1.0 g (精确到 0.0002 g) 试样, 置于 250 mL 碘量瓶中, 加入 75 mL 蒸馏水, 4.0 mL 氢氧化钠溶液, 25.0 mL 五硼酸铵饱和溶液, 用移液管加入 25.00 mL 碘溶液, 立即盖好瓶塞, 于 $(25 \pm 2)^\circ\text{C}$ (可用恒温水浴控制) 下暗处放置 15 min。然后加入 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 3 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。

B.5 结果计算

亚磷酸 (以 PO_3^{3-} 计) 含量以质量分数 w_4 计, 数值以 % 表示。 w_4 按式 (B.1) 计算:

$$w_4 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times \frac{M}{2} \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad (\text{B.1})$$

式中:

V_0 ——空白试验时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_1 ——测定试样时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

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

M ——亚磷酸根的摩尔质量, 单位为克每摩尔质量 (g/mol) ($M=78.96$ g/mol);

m ——试料的质量的数值, 单位为克 (g)。

B.6 允许差

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 0.08%。不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

Q/SH 0371—2010

中国石油化工集团公司
企 业 标 准
水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧酸丁烷技术要求
Q/SH 0371—2010

*

中国石化出版社出版发行

地址：北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编：100011 电话：(010) 84271850

石化标准编辑部电话：(010) 84289937

读者服务部电话：(010) 84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail: press@sinopec.com.cn

北京金明盛印刷有限公司印刷

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 18 千字

2010 年 8 月第 1 版 2010 年 8 月第 1 次印刷

*

书号：155114·0219 定价：15.00 元

(购买时请认明封面防伪标识)