

ICS 71. 100. 40
G 77
备案号:30119—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3662—2010
代替 HG/T 3662—2000

水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷

Water treatment chemicals—2-Phosphonobutane-1,2,4-tricarboxylic acid

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 3662—2000《水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷》。

本标准与 HG/T 3662—2000《水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷》的主要差异为：

- 取消了原标准中等级的划分；
- 增加了氯化物含量的要求和方法；
- 增加了铁含量的要求和方法；
- 增加了附录 B“活性组分的测定 容量法”。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准的附录 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/TC63/SC5)归口。

本标准负责起草单位：江阴康爱特化工有限公司、江苏江海化工集团有限公司、河南清水源科技股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、山东省泰和水处理有限公司、常州市科威精细化工有限公司、常州源泉红光化工有限公司、隆尧县隆科水处理有限公司。

本标准主要起草人：颜正兴、赵荣明、王志清、朱传俊、白莹、王忠英、周革、王建方、李琳、祝孟亮、李翠娥、王东海。

本标准于 2000 年首次发布。

水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷

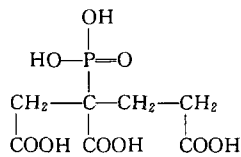
1 范围

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、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于水处理剂 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷(PBTC),该产品主要用作工业水处理中的缓蚀阻垢剂。

分子式: $C_7H_{11}O_9P$

结构式:



相对分子质量:270.13(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 包装储运图示标志(GB/T 191—2008,mod ISO 780 : 1997)
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(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 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—2008,mod ISO 3696 : 1987)
- 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 22592—2008,neq ISO 10523 : 1994)
- GB/T 22594—2008 水处理剂 密度测定方法通则

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-1,2,4-三羧基丁烷的技术指标应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标
活性组分(以 PBTC 计)/%	≥ 50.0
磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量/%	≤ 0.20
亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量/%	≤ 0.50
pH 值(10 g/L 水溶液)	1.5~2.0
密度(20 ℃)/(g/cm ³)	≥ 1.27
氯化物(以 Cl^- 计)含量/(μg/g)	≤ 10
铁(以 Fe 计)含量/(μg/g)	≤ 10

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 三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、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 结构的鉴别

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¹³C 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,特征谱图见附录 A 中图 A.1。

表 2

化学位移 δ	归属
约 27,约 31,约 37	3 个亚甲基碳
约 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 3 要求,特征谱图见附录 A 中图 A.2。

表 3

化学位移 δ	归属	积分面积	积分面积百分数/%
约 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。

4.1.3 仪器、设备

4.1.3.1 傅里叶变换核磁共振仪: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 中图 A.1 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。

积分面积百分数以 X 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{A_x}{A_T} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_x ——PBTC 上磷原子出峰($\delta \approx 21$)的积分面积;

A_T ——磷谱中全部峰的积分面积总和。

试样的谱图应与附录 A 中图 A.2 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 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。

生产控制过程中可参见附录 B 用容量法测定活性组分的含量。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 硝酸;

4.2.2.2 过硫酸钾;

4.2.2.3 硫酸溶液:1+4;

4.2.2.4 硝酸溶液:1+1;

4.2.2.5 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 硝酸和 150 mL 水的混合液中;

溶液 III 量取 5 mL 喹啉,溶于 35 mL 硝酸和 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。

4.2.3 仪器、设备

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

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 试液的制备

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。此为试液 A,供测定活性组分、正磷酸含量用。

4.2.4.2 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(1 000 W)或微波消解电炉上缓慢加热至出现浓厚白烟。取下表面皿,直至白烟几乎赶尽,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 15 mL 硝酸溶液、50 mL 喹钼柠酮溶液。盖上表面皿,置于沸水浴中,放置 30 min。取出后冷却至室温。冷却过程中摇动 3 次~4 次。

用预先于 $(180 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下恒重的坩埚式过滤器以倾析法过滤。在烧杯中洗涤沉淀 3 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 $(180 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下烘干至恒重。

4.2.5 结果计算

总磷(以 P 计)含量以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \frac{M_1}{M_2}}{m \times \frac{10}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,单位为克(g);

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

M_2 ——磷钼酸喹啉的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 2\,212.73$)。

活性组分(以 PBTC 计)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \left(w_1 - w_3 \frac{M_1}{M_2} - w_4 \frac{M_1}{M_3} \right) \frac{M_4}{M_1} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_1 ——总磷(以 P 计)含量的数值,以%表示;

w_3 ——4.3 测得的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量的数值,以%表示;

w_4 ——4.4 测得的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量的数值,以%表示;

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

M_2 ——磷酸根的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 94.97$);

M_3 ——亚磷酸根的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_3 = 78.97$);

M_4 ——2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_4 = 270.13$)。

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 0.5 %。

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 硫酸。冷却后用水稀释至 500 mL,混匀。贮存于棕色瓶中,保存期两个月。

4.3.2.3 磷酸盐标准溶液:1 mL 含有 0.02 mg PO_4^{3-} 。

移取 20.00 mL 按 GB/T 602—2002 中表 1 配制的 0.1 mg/mL 磷酸盐(PO_4)标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

4.3.3 仪器、设备

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

在六个 50 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL(试剂空白)、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,以试剂空白为参比测定其吸光度。

以 PO_4^{3-} 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 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。以下按 4.3.4.1 中“各加 2.0 mL 钼酸铵溶液……以试剂空白为参比测定其吸光度”操作。

4.3.5 结果计算

磷酸(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:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{5}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

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)。

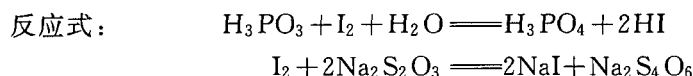
4.3.6 允许差

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 0.02 %。

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 碘标准溶液: $c(1/2 \text{I}_2)$ 约 0.1 mol/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 淀粉指示液:10 g/L。

4.4.3 分析步骤

称取 0.8 g 样品,称准至 0.2 mg,置于 250 mL 碘量瓶中。加 100 mL 水,加入 25 mL 五硼酸铵饱和溶液。加入 25.00 mL 碘标准溶液,立即盖好瓶塞,于室温(23 ± 2) °C 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。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_4 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{\frac{(V_0 - V)c}{1000} \times \frac{M}{2}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

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的数值,单位为毫升(mL);

V ——试液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 ——亚磷酸根的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_3 = 78.97$)。

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 0.02 %。

4.5 pH 值的测定

按照 GB/T 22592 进行测定。

4.6 密度的测定

按照 GB/T 22594—2008 中 3.3.1 进行测定。

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:温度控制在 $(20\pm 1)^\circ\text{C}$;
 4.6.1.3 玻璃量筒:250 mL;
 4.6.1.4 温度计: $0^\circ\text{C}\sim 50^\circ\text{C}$,分度值 0.1°C 。

4.6.2 分析步骤

按照 GB/T 22594—2008 中 3.3.1 进行测定。

4.7 氯化物含量的测定

4.7.1 方法提要

以双液型饱和甘汞电极为参比电极,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。

4.7.2 试剂和材料

硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约 0.01 mol/L 。

4.7.3 仪器、设备

- 4.7.3.1 微量滴定管;
 4.7.3.2 电位滴定仪;
 4.7.3.3 双液型饱和甘汞电极;
 4.7.3.4 银电极。

4.7.4 分析步骤

称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g ,置于 150 mL 烧杯中,加 50 mL 水。将盛有试样的烧杯置于电磁搅拌器上,放入搅拌子,搅匀。将电极插入烧杯,用硝酸银标准滴定溶液滴定至终点电位。同时做空白试验。

4.7.5 结果计算

氯化物(以 Cl^- 计)含量以质量分数 w_5 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{(V - V_0)cM \times 1\,000}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- V ——试液消耗硝酸银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 ——氯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

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 $2\mu\text{g/g}$ 。

4.8 铁含量的测定

4.8.1 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 值为 4~6 时,二价铁离子和邻菲罗啉形成一种红色的配合物,用分光光度计在最大吸收波长 510 nm 处,测定其吸光度。

4.8.2 试剂和材料

- 4.8.2.1 盐酸溶液:1+1。
 4.8.2.2 氨水溶液:1+1。
 4.8.2.3 盐酸羟胺溶液:200 g/L。

4.8.2.4 邻菲罗啉溶液:15 g/L。

称取 5.0 g 邻菲罗啉($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$),溶于 250 mL 乙醇(95 %)中,再加入 80 mL 水,摇匀。

4.8.2.5 铁标准贮备溶液:1 mL 含有 0.1 mg Fe。

称取 0.100 0 g 高纯铁,精确到 0.2 mg,置于 150 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸,缓慢加热直到完全溶解,冷却,全部转移到 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

4.8.2.6 铁标准溶液:1 mL 含有 0.01 mg Fe。

移取 10.00 mL 铁标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

4.8.3 仪器、设备

4.8.3.1 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。

4.8.3.2 分光光度计:带有厚度为 3 cm 的吸收池。

4.8.4 分析步骤**4.8.4.1 校准曲线的绘制**

分别移取 0.00 mL (试剂空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液置于六个 100 mL 烧杯中,各加水至约为 40 mL,使用酸度计用盐酸溶液将溶液的 pH 值调至 1.5~2.0。分别加入 2 mL 盐酸羟胺溶液,混匀,再依次加入 2 mL 邻菲罗啉溶液,混匀后,使用酸度计用氨水溶液将溶液 pH 值调至 5.2~5.8。在可调电炉上将溶液煮沸 10 min~15 min,取下冷却至室温,将冷却后的溶液转移到 100 mL 容量瓶中,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,以试剂空白为参比测定其吸光度。

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。

4.8.4.2 测定

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加水至约 40 mL。使用酸度计用盐酸溶液或氨水溶液将其 pH 值调至 1.5~2.0,以下按 4.8.4.1 中“分别加入 2 mL 盐酸羟胺……以试剂空白为参比测定其吸光度”操作。

4.8.5 结果计算

铁(以 Fe 计)含量以质量分数 w_6 计,数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示,按式(7)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 \times 1\,000}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试液吸光度从校准曲线上查出的铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.8.6 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 $\mu\text{g/g}$ 。

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,生产厂的质量监督检验部门应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 有下列情况之一时应按 4.1 规定进行鉴别:

- a) 正常生产情况下,每六个月至少进行一次鉴别;
- b) 新产品试制投产时;
- c) 原材料、设备、工艺有重大变化,可能影响产品性能时;
- d) 停产半年以上恢复生产时;
- e) 供需双方对型式鉴别试验有相互约定时。

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,验收时间从货到之日起 15 d 内进行。

5.4 每批产品应不超过 25 t。

5.5 按 GB/T 6678 中 7.6 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 1 000 mL。充分混匀,分装入两个清洁、干燥的聚乙烯塑料瓶中,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 8170 规定的修约值比较法判定。

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、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、商标、批号或生产日期、净质量、厂址及 GB/T 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、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。

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
(规范性附录)

2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷核磁共振谱图

A.1 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷¹³C核磁共振谱图见图 A.1

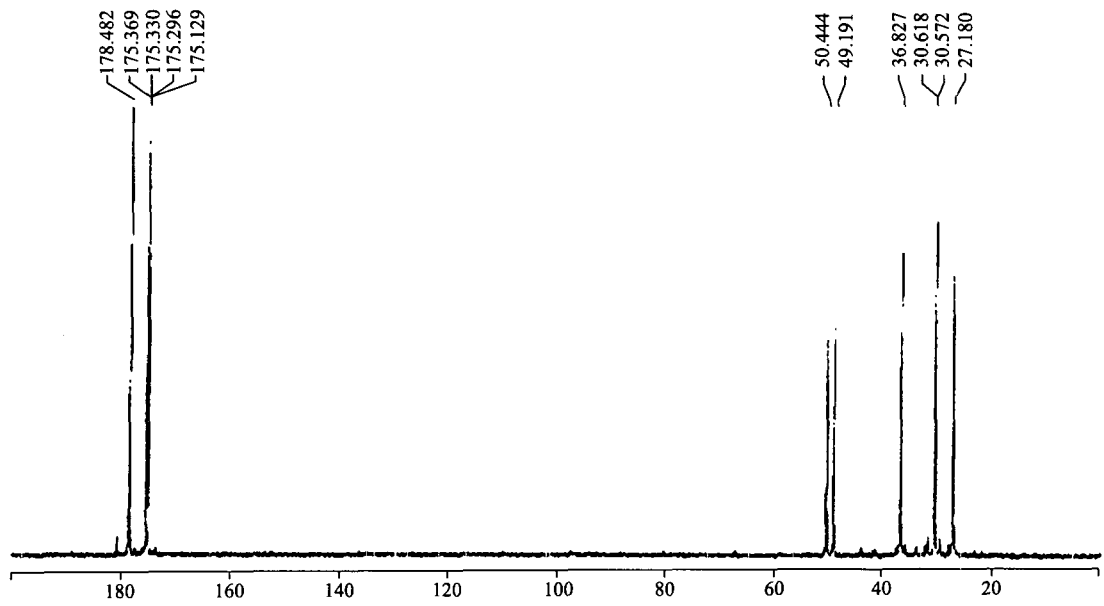


图 A.1

A.2 2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷³¹P核磁共振谱图见图 A.2

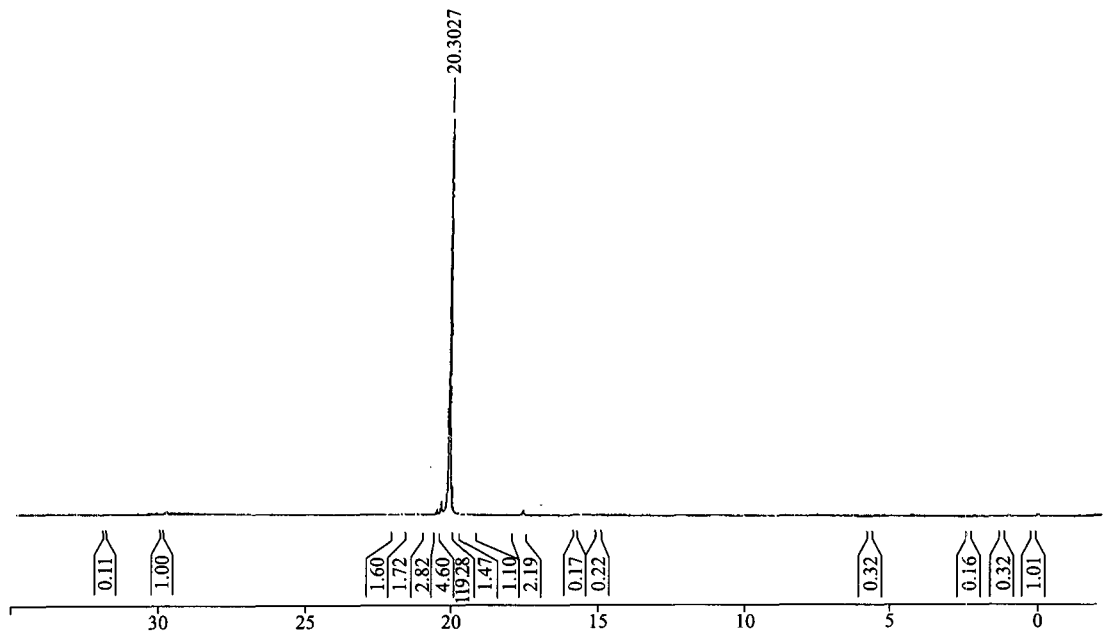


图 A.2

附 录 B
(资料性附录)

2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷活性组分的测定 容量法

B.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 pH 值为 8~9),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。

B.2 试剂和材料

B.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 1.0 mol/L;

B.2.2 酚酞指示液:10 g/L。

B.3 分析步骤

称取 1.5 g~2.0 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 锥形瓶中,加水至 100 mL。加两滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色即为终点。

B.4 结果计算

活性组分(以 PBTC 计)含量以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(B.1)计算:

$$w_2 = \frac{\left(\frac{Vc}{1\,000} - \frac{2w_3m}{100M_2} - \frac{2w_4m}{100M_3} \right) \frac{M_1}{4}}{m} \times 100 \dots\dots\dots \text{(B.1)}$$

式中:

V ——试样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_3 ——4.3 测得的磷酸(以 PO_4^{3-} 计)含量的数值,以 % 表示;

w_4 ——4.4 测得的亚磷酸(以 PO_3^{3-} 计)含量的数值,以 % 表示;

M_1 ——2-膦酸基-1,2,4-三羧基丁烷的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=270.13$);

M_2 ——磷酸根的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=94.97$);

M_3 ——亚磷酸根的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_3=78.97$)。

B.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 %。