

前 言

火力发电厂循环冷却水用阻垢缓蚀剂质量好坏直接影响着热力设备的安全经济运行。本标准的制定对规范行业循环冷却水用阻垢缓蚀剂市场，具有重要意义。

本标准首次对以唑类、磷酸盐含量、亚磷酸含量、正磷酸含量、固体含量、pH及密度作为火力发电厂循环冷却水用阻垢缓蚀剂的质量指标做了规定，同时规定了相应测定方法和验收规则。

本标准由电力行业电厂化学标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：国家电力公司热工研究院。

本标准主要起草人：李臻、史庆琳、李霞慈、鲁礼勋、田利、黄善锋。

本标准委托国家电力公司热工研究院负责解释。

火力发电厂循环冷却水用阻垢缓蚀剂

1 范围

本标准规定了火力发电厂循环冷却水用含有机膦的复配型阻垢缓蚀剂验收指标和测定方法。本标准适用于火力发电厂循环冷却水用含有机膦复配型阻垢缓蚀剂的验收。

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 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 滴定分析（含量分析）用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 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

HG/T 2430 水处理剂 阻垢缓蚀剂Ⅱ

HG/T 2431 水处理剂 阻垢缓蚀剂Ⅲ

3 术语

固体含量 solid content

试样在 $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下干燥 6h 后的质量与试样原质量之百分比。

4 要求

4.1 外观：无色、淡黄色或棕色透明液体，与水混溶前后均无沉淀。

4.2 火力发电厂循环冷却水用含有机膦阻垢缓蚀剂应符合表 1 的要求。

4.3 表 1 的指标只做产品的验收，应用前应结合水质做性能实验，合格后方可使用。

表 1 循环冷却水用阻垢缓蚀剂验收指标

项 目	A 类	B 类	C 类
唑类（以 $\text{C}_4\text{H}_4\text{NHN}:\text{N}$ 计）含量 (%)	—	≥ 1.0	≥ 3.0
磷酸盐（以 PO_4^{3-} 计）含量 (%)		≥ 6.8	
亚磷酸（以 PO_3^{3-} 计）含量 (%)		≤ 2.25	
正磷酸盐（以 PO_4^{3-} 计）含量 (%)		≤ 0.75	
固体含量 (%)		≥ 32.0	
pH（1%水溶液）		3.0 ± 1.5	
密度（20℃） (g/cm^3)		≥ 1.15	
注			
1 A 类阻垢缓蚀剂可用于不锈钢管、钛管循环冷却水处理系统，也可用于碳钢管冲灰水系统等。			
2 B 类阻垢缓蚀剂可用于铜管循环冷却水处理系统。			
3 C 类阻垢缓蚀剂可用于要求有较高唑类含量的铜管循环冷却水处理系统。			

5 试验方法

5.1 试验用试剂和水

5.1.1 试验用试剂应为分析纯试剂，试验用水应符合 GB/T6682 规定的三级水的要求。

5.1.2 试验中所用标准溶液、试剂在没有注明其他要求时，应符合 GB/T601 和 GB/T603 的规定。

5.2 磷酸盐含量的测定

5.2.1 方法提要：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磷钼钒酸配合物，以抗坏血酸还原成“磷钼钒蓝”，用分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。

5.2.2 试剂和材料：

5.2.2.1 磷酸盐（以 PO_4^{3-} 计）标准储备液（1ml 溶液含有 0.500mg PO_4^{3-} ）：

称量 0.7165g 精确至 0.0002g，预先在 100℃ ~ 105℃ 干燥至恒重的磷酸二氢钾。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。

5.2.2.2 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 磷酸盐标准储备液于 500ml 容量瓶中，用水稀释至刻度、摇匀。

5.2.2.3 钼酸铵溶液：称量 6.0g 钼酸铵溶于约 500ml 水中，加入 0.2g 酒石酸锑钾和 83ml 浓硫酸，冷却后用水稀释至 1000ml，摇匀。储存于棕色试剂瓶中，储存期 6 个月。

5.2.2.4 抗坏血酸溶液：

称量 17.6g 抗坏血酸，溶于约 50ml 水中，加入 0.2g 乙二胺四乙酸二钠和 8ml 甲酸，用水稀释至 1000ml，摇匀。现配现用。

5.2.2.5 硫酸： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1\text{mol/L}$ 溶液；

5.2.2.6 过硫酸铵：2.4% 溶液，现配现用。

5.2.3 仪器、设备：

5.2.3.1 分光光度计：波长范围 400nm ~ 800nm。

5.2.3.2 可调电热器。

5.2.4 分析步骤：

5.2.4.1 试液的制备。

称量约 2.0g 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，此为试液 A。

吸取 10.00ml 试液 A 于 500ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此为试液 B。

5.2.4.2 绘制磷酸盐（以 PO_4^{3-} 计）工作曲线。

取 7 个 50ml 容量瓶，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，各加入水 20ml，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，用 1cm 比色皿在 710nm 处，以试剂空白为参比，测量其吸光度，以磷酸盐的质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.2.4.3 测定：

1 总磷酸盐含量的测定。吸取 5.00ml 试液于 50ml 锥形瓶中，加入 1ml 硫酸溶液，5ml 过硫酸铵溶液，在可调电热器上加热至沸，保持 20min，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 容量瓶中，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 波长处，以试剂空白为参比，使用分光光度计，测定其吸光度。

2 正磷酸盐含量的测定。吸取 10.00ml 试液于 50ml 容量瓶中，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 波长处，以试剂空白为参比，使用分光光度计，测定其吸光度。

5.2.5 分析结果的表述：

5.2.5.1 以质量百分数表示的总磷酸盐（以 PO_4^{3-} 计）含量 X_1 按下式（1）计算：

$$X_1 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 10/500 \times 5/500} \times 100 = \frac{500m_1}{m} \quad (1)$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得试液中总磷酸盐的量，mg；

m ——试样的质量，g。

5.2.5.2 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：

$$X_2 = \frac{m_2 \times 10^{-3}}{m \times 10/500} \times 100 = \frac{5m_2}{m} \quad (2)$$

式中： m_2 ——从工作曲线上查得试液中正磷酸盐的量，mg；

m ——试样的质量，g。

5.2.5.3 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：

$$X_3 = X_1 - X_2 - 1.203X_4 \quad (3)$$

式中： X_4 ——从第 4.2 条测得的以质量百分数表示的亚磷酸的含量，%

1.203——由亚磷酸换算成磷酸盐的系数。

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不大于 0.30%。

5.3 亚磷酸含量的测定

5.3.1 方法提要：

在 pH 为 6.5～7.2 的条件下，亚磷酸被碘氧化成正磷酸，利用硫代硫酸钠滴定过量的碘，从而测出亚磷酸的含量。

5.3.2 试剂和材料：

5.3.2.1 五硼酸铵： $(\text{NH}_4\text{B}_5\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$ 饱和溶液；

5.3.2.2 碘： $c(1/2\text{I}_2) = 0.1\text{mol/L}$ 溶液；

5.3.2.3 硫酸：1+4 溶液；

5.3.2.4 硫代硫酸钠： $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$ 标准滴定液；

5.3.2.5 可溶性淀粉：1.0% 溶液。

5.3.3 分析步骤：

称量 $2.5\text{g} \pm 0.1\text{g}$ 试样，精确至 0.0002g ，于 250ml 碘量瓶中，加入约 20ml 水，12ml 五硼酸铵饱和溶液，15.00ml 碘溶液，立即盖好瓶塞，水封，于暗处放置 10min～15min。然后加入 15ml 硫酸溶液，以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至浅黄色时，加入 1ml 淀粉溶液，继续滴定至蓝色消失即为终点。同时，以 20ml 水代替试液，加入相同体积的试剂，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（以 PO_3^{3-} 计）含量 X_4 按式（4）计算：

$$X_4 = \frac{(V_0 - V) \times c \times 0.03948}{m} \times 100 = \frac{(V_0 - V) \times c \times 3.948}{m} \quad (4)$$

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浓度，mol/L；

0.03948——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的质量；

m ——试样的质量, 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, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

5.4 唑类含量的测定

5.4.1 试剂和材料。

5.4.1.1 氢氧化钾: $c(\text{KOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 溶液。

5.4.1.2 苯骈三氮唑标准溶液: 1ml 溶液含有 0.1mg 分析纯苯骈三氮唑。

称取 0.1000g 苯骈三氮唑, 精确至 0.0002g, 加入 10ml 氢氧化钾溶液, 使之溶解后全部转移至 1000ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.4.2 仪器、设备。

紫外分光光度计, 附 1cm 石英比色皿。

5.4.3 分析步骤。

5.4.3.1 工作曲线的绘制:

取 6 只 50ml 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, 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。以苯骈三氮唑的质量 (mg) 为横坐标, 对应吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

5.4.3.2 测定:

吸取 5.00ml 试液 A 于 50ml 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。

5.4.4 分析结果的表述。

以质量百分数表示的唑类 (以 $\text{C}_6\text{H}_4\text{NHN:N}$ 计) 含量 X_5 按式 (5) 计算:

$$X_5 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 5/500} \times 100 = \frac{10m_1}{m} \quad (5)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得试液中唑类 (以 $\text{C}_6\text{H}_4\text{NHN:N}$ 计) 的量, mg;

m ——试样的质量, 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, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.04%。

5.5 固含量的测定

5.5.1 仪器、设备:

5.5.1.1 称量瓶: $\phi 60\text{mm} \times 30\text{mm}$ 。

5.5.1.2 恒温干燥箱。

5.5.2 测定步骤:

称取约 0.8g 试样, 精确至 0.0002g, 置于已恒重的称量瓶中, 小心摇动, 使试液自然流动, 于瓶底形成一层均匀的薄膜。放置干燥箱中, 逐渐升温至 120℃, 于 $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下干燥 6h, 取出放入干燥器中, 冷却至室温, 称量。

5.5.3 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:

$$X_6 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad (6)$$

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。

5.5.4 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%。

5.6 pH 值的测定

5.6.1 仪器、设备：

酸度计：分度值为 0.02pH，配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

5.6.2 分析步骤：

称量 1.0g 试样，精确至 0.01g，全部转移到 100ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

将试样溶液倒入 50ml 烧杯中，置于电磁搅拌器上，将电极浸入被测试液中，开动搅拌。在已定位的酸度计上读取 pH 值。

5.7 密度的测定

5.7.1 仪器、设备：

5.7.1.1 密度计：分度值为 0.001g/cm³。

5.7.1.2 玻璃量筒：250ml。

5.7.1.3 温度计：分度值为 1℃。

5.7.2 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、干燥的密度计轻轻缓缓地放入试样中，下端应离底部 2cm 以上，不能与筒壁接触，密度计上端露在外面的部分所沾的液体不得超过 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。

6 检验规则

6.1 阻垢缓蚀剂应由生产厂质量监督检验部门进行检验，生产厂应保证出厂的每批产品符合本标准的要求。

6.2 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技术指标要求。

6.3 产品按批检验，每批产品质量不超过 5000kg。

6.4 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、类别、生产日期、批号、净重、执行本标准的编号和检验结果。

6.5 取样时，取样桶数按表 2 规定选取。

表 2 取 样 桶 数

每批总桶数	选取的最少桶数	每批总桶数	选取的最少桶数
1~10	全部桶数	102~125	15
11~49	11	126~151	16
50~64	12	152~181	17
65~81	13	182~216	18
82~101	14		

取样时应充分搅匀，然后用玻璃管或聚乙烯塑料管插入桶中深度 1/3 处取样，每桶所取得不少于 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、级别、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。

6.6 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。

6.7 当供需双方对产品质量发生异议时，应由供需双方协商解决或由法定质量检验部门进行仲裁。

6.8 按照 GB/T1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 包装、标志、运输和贮存

- 7.1 阻垢缓蚀剂用聚乙烯桶、衬塑铁桶包装，每桶净质量为 25kg 或 200kg。
 - 7.2 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、级别、生产日期、批号、净重、商标和本标准编号，并涂刷符合 GB191 规定的“向上”标志。
 - 7.3 应于 5℃~40℃ 下贮存，保持通风，防止曝晒，贮存期一年。
 - 7.4 适用于常规运输。
-