

《水处理剂 氨基三亚甲基膦酸》行业标准编制说明

（征求意见稿）

一、工作简况

（一）任务来源

1 基本信息

根据工信厅科函〔2021〕25号《工业和信息化部办公厅关于印发2021年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》要求，修订推荐性化工行业标准HG/T 2841-2005《水处理剂 氨基三亚甲基膦酸》，其计划编号为2021-0326T-HG。按标准制修订计划，本项目应于2022年8月前完成。

本标准由中海油天津化工研究设计院有限公司等负责起草。本标准由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC 63）负责归口。

2 简要情况

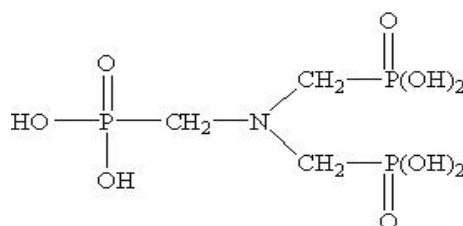
2.1 产品概述及现状

产品名称：氨基三亚甲基膦酸(ATMP)

CAS: 6419-19-8 EINECS: 229-146-5

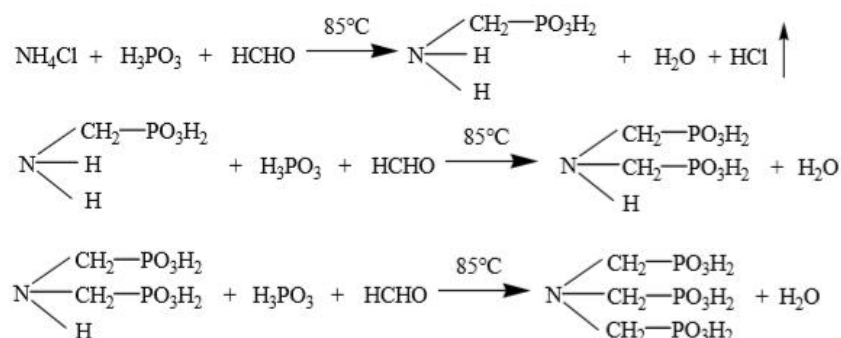
分子式：N(CH₂PO₃H₂)₃

结构式：



氨基三亚甲基膦酸(Amino trimethylene phosphonic acid)，简称：ATMP。ATMP 具有极稳定的 C—P 键，是有机膦酸中最常用的一种，特别适用于抑制碳酸钙垢，并保证换热器处于良好的传热状态，可以节约大量冷却水，改善水源不足供水紧张的状况。ATMP 具有良好的螯合、低限抑制、晶格畸变等作用，能与金属离子形成稳定的络合物，可阻止水中成垢盐形成水垢，特别是碳酸钙垢的形成。同时也具有缓蚀作用。ATMP 作为阻垢剂、缓蚀剂，主要用于火力发电厂、炼油厂的循环冷却水、油田回注水系统。可以起到减少金属设备或管路腐蚀和结垢的作用。ATMP 在纺织印染等行业用作金属离子螯合剂，也可用于金属表面处理剂等。ATMP 固体为结晶性粉末，易溶于水，易吸潮，易于运输和使用，尤其适用于冬季严寒地区。由于纯度较高，可用作纺织印染行业的金属螯合剂及金属表面处理剂。

ATMP 的生产原料为甲醛、亚磷酸以及氯化铵，反应式如下：



其工艺流程图见图 1。

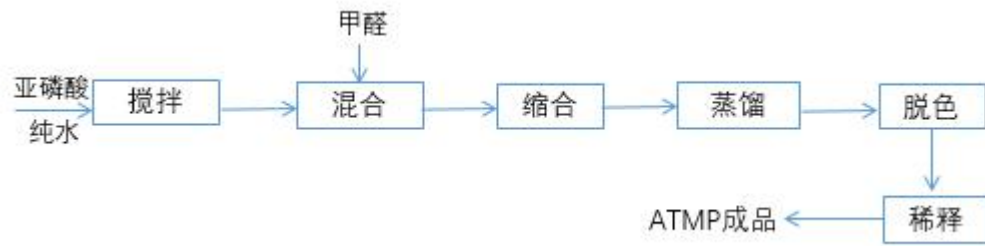


图 1 氨基三亚甲基工艺流程示意图

2.2 修订标准的意义

我国是有机磷水处理剂的生产大国和消费大国，同时也是出口大国。截止目前，我国水处理剂 氨基三亚甲基膦酸产品约占世界总产量的 70%~80%。

原标准实施已有十七年之久，随着生产工艺及检验技术的不断改进和环保监管力度的加大，在实际应用过程中，对 ATMP 产品的质量和检测方法的要求也日益提高。ATMP 产品以三氯化磷为原料，磷矿的品质决定产品的品质，同时该产品适用范围广，为避免在水处理过程中带入有毒有害成份影响排放，必须对产品中的有害金属指标提出控制要求，以满足安全环保要求。因此原标准已不能满足产品质量提升的要求，急需进行修订。

(二) 主要工作过程

1 起草阶段（2021 年 5 月~2020 年 10 月）

1.1 起草工作组的成立及分工情况

为了能按计划完成本标准的修订工作，使本标准的技术指标要求先进、合理，分析方法科学、准确，并能充分体现该产品工艺水平的先进性，从而鼓励企业改进和提高其技术水平，适应国内及国际市场的要求。修订标准的任务下达后，归口单位积极联系标准相关方（包括生产企业、使用方、科研院所、检测机构以及原起草单位）成立起草工作组。

1.1.1 起草工作组

中海油天津化工研究设计院有限公司（以下简称天津院）、河南清水源股份有限公司、山东泰和、南通联膦、姚氏同德、山东鑫泰等。

1.1.2 分工情况

各主要参加单位及工作组成员的分工情况见表1。

表 1 主要参加单位及工作组成员的工作分工

| 主要参加单位 | 成员 | 主要工作 |
|------------------|----|---|
| 中海油天津化工研究设计院有限公司 | | 负责标准修订工作总体协调及资料收集、组织召开标准工作会议、提出试验方案、试验数据统计与比对、编写标准各阶段草案、编制说明及相关附件等工作。 |
| 河南清水源股份有限公司 | | 负责标准修订工作相关资料收集和标准方案的制定，参加标准工作会议、提出试验方案、开展试验验证、试验数据统计与比对、编写标准各阶段草案、编制说明及相关附件等工作。 |
| 山东泰和 | | 负责标准修订工作相关资料收集、参加标准工作会议、提出 |

| | | |
|------|--|---|
| | | 试验方案、开展试验验证、试验数据统计与比对、编写标准各阶段草案、编制说明及相关附件等工作。 |
| 南通联腾 | | 负责标准修订工作相关资料收集、参加标准工作会议、提出试验方案、开展试验验证、试验数据统计与比对、编写标准各阶段草案、编制说明及相关附件等工作。 |
| 姚氏同德 | | 参与标准方案的制定，标准草案和编制说明的修改、审阅、研讨；参与试验方案的讨论、开展试验方法验证、参加工作会议讨论等。 |

1.2 调查研究过程

任务下达后，起草单位查阅了国内外标准及有关技术资料，并向生产、使用单位发出产品调查表，广泛征求对标准修订工作的意见，对各生产单位的产能、生产工艺、产品质量和标准使用情况进行了广泛调查。经查，目前尚无相关国际和国外先进标准，仅收集到国外企业产品标准，具体见“二中（三）的表2。

归口单位于2021年10月在浙江省杭州市召开的标准方案会上对《水处理剂 氨基三亚甲基磷酸》行业标准的范围、项目和指标、试验方法及检验规则、包装、贮存、运输等内容进行了深入、细致地讨论，提出了新的技术指标和修订方案，并对各项工作任务及工作进度做了详细的安排。

前期的调查研究确定了标准的修订内容，具体如下：

- 1) 增加全文警告；
- 2) 增加了钙螯合值的测定方法和指标；
- 3) 更改了氯化物含量的技术指标；
- 4) 更改了铁含量和氯化物含量的测定方法。

会后由天津院联合编写相应的试验验证方案，发至各相关单位进行试验验证。

1.3 验证过程

由起草工作组成员河南清水源科技股份有限公司、山东泰和水处理科技股份有限公司、南通联腾化工有限公司等单位对以下试验方法进行了验证试验：

- 1) 总无机磷酸含量测定试验；
- 2) 钙螯合值测定试验；
- 3) 铁含量测定方法进行试验验证；
- 4) 氯化物含量测定进行 pH 调节与否进行验证试验。

验证试验的结果详见“三、主要试验（或验证）的分析”。

1.4 工作组讨论稿

根据前期方案讨论及试验验证等起草阶段工作情况，起草工作组于2022年2月形成工作组讨论稿及编制说明。2022年4月22日，组织相关生产企业召开线上（腾讯会议）标准工作讨论会，共有包括5家生产企业在内的6家单位参加了会议。会上对标准工作讨论稿进行了详细的讨论，特别是就氨基三亚甲基产品亚磷含量无法实现准确测定进行了研究和讨论，最后确定增加总无机磷含量的测定方法和指标，同时删除磷酸和亚磷酸含量的测定方法和指标，以总无机磷含量来指征氨基三亚甲基磷酸产品中不具备阻垢缓释性能的杂质性磷酸的含量。

2 标准征求意见阶段（2022年5月～2022年6月）

2.1 广泛征求意见

在起草阶段工作基础上，起草小组提出标准草案征求意见稿及编制说明，经归口单位修改后，于2022年5月底向水处理剂分技术委员会的委员、生产、使用及检验机构等单位发送了电子文件征求意见稿及编制说明，并在网上（www.trici.com.cn）公开征求意见。

2.2 意见的反馈与处理

发送征求意见稿的单位数 个，收到征求意见稿后回函单位数 个，收到征求意见稿后回函并有建议或意见的单位数 个，没有回函的单位数 个。对收到的意见全部进行处理，处理意见详见意见汇总处理表。

3 标准审查阶段

4 报批阶段

二、标准编制原则、标准体系和确定标准主要修订内容的论据

（一）标准编制原则

1. 贯彻国家的有关方针、政策、法律、法规的原则；
2. 积极采用国际标准和国外先进标准，促进对外经济技术合作与对外贸易的发展的原则；
3. 保障安全和人民的身体健康，保护生态和环境健康的原则；
4. 有利于促进技术进步，提高产品质量的原则；
5. 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；
6. 符合用户的需要，保护消费者利益的原则；
7. 遵循标准科学性、先进性、统一性的原则。

（二）标准体系

水处理剂 氨基三亚甲基膦酸在水处理剂标准体系中的位置：

体系类目名称：水处理剂-水质稳定剂

体系类目编号：01-063-05-02-01-02

体系编号：01-063-05-02-01-02-007

（三）确定标准修订主要内容的论据

经查，目前尚无氨基三亚甲基膦酸产品的相关国外先进标准，可查找到的还是十几年前的美国孟山都的产品标准（目前仍为国外客户所使用），由于2015年~2016年有机磷产品生产大规模转向中国生产，全球的有机磷水处理剂生产基地在中国。我国的氨基三甲膦酸的产品指标活性组分、氯化物、pH值均与美国孟山都产品标准一致，同时我国标准还设立了氨基三亚甲基膦酸含量这一主要产品指标，其含量直接表征了产品的含量。同时增加了总无机磷酸含量的指标，以此指标来判定氨基三亚甲基膦酸产品中有没有阻垢缓蚀性能、为转换的属于杂质范畴的无机磷酸含量的指标，另外铁含量指标严于美国孟山都产品标准。指标对比见表2。

表2 本标准与国外企业产品标准指标对照表

| 项目 | | 本标准 | Monsanto 公司 Dequest 2000 |
|---|---|------|-----------------------------|
| 活性组分（以 ATMP 计）， % | ≥ | 50.0 | 50 |
| 氨基三亚甲基膦酸含量， % | ≥ | 40.0 | —— |
| 钙螯合值(以 CaCO ₃ 计), mg/g | ≥ | 400 | —— |
| 总无机磷酸(以 PO ₄ ³⁻ 计)含量， % | ≤ | 3.5 | —— |

| | | | |
|---------------------------------|---|------|------|
| 氯化物(以 Cl ⁻ 计)含量, % | ≤ | 1.0 | 1 |
| 铁(以 Fe ²⁺ 计)含量, μg/g | ≤ | 20 | 35 |
| pH 值(10 g/L 水溶液) | ≤ | 2.0 | 2 |
| 密度(20℃), g/cm ³ | ≥ | 1.30 | 1.33 |

本次修订在原标准 HG/T 2841-2005 的基础之上, 结合我国现阶段氨基三亚甲基膦酸产品的生产水平、原料使用情况、生产工艺、用户使用需求以及环保排放要求等方面进行修订。

1、警告

经行业调研, 了解到水处理剂 氨基三亚甲基膦酸虽未列入《危险化学品名录》(2015), 但是符合其关于“危险化学品的定义确定原则”, 属于第八类腐蚀性物质。故在标准中给以全文警告。同时对包装提出更高要求。

2、指标项目的设立

本标准共设置活性组分含量、氨基三亚甲基膦酸含量、钙螯合值、总无机磷含量、氯化物含量、铁含量、pH 值、密度共 8 项指标, 较原标准 HG/T 2841-2005 增加了钙螯合值和总无机磷含量的指标。同时删除亚磷酸和磷酸含量。具体指标见表 3, 新旧标准指标参数对比表详见表 4。生产企业质量月报见附件。

表 3 修订后标准技术指标

| 项目 | 指标 |
|---|--------|
| 活性组分(以 ATMP 计)含量, % | ≥ 50.0 |
| 氨基三亚甲基膦酸含量, % | ≥ 40.0 |
| 钙螯合值(以 CaCO ₃ 计), mg/g | ≥ 400 |
| 总无机磷酸(以 PO ₄ ³⁻ 计)含量, % | ≤ 3.5 |
| 氯化物(以 Cl ⁻ 计)含量, % | ≤ 1.0 |
| 铁(以 Fe ²⁺ 计)含量, μg/g | ≤ 20 |
| pH 值(10 g/L 水溶液) | ≤ 2.0 |
| 密度(20℃), g/cm ³ | ≥ 1.30 |

表 4 新旧标准指标参数对比表

| 项目 | HG/T 2841 | 本标准 |
|---|-----------|------|
| 活性组分(以 ATMP 计), % | ≥ 50.0 | 50.0 |
| 氨基三亚甲基膦酸含量, % | ≥ 40.0 | 40.0 |
| 钙螯合值(以 CaCO ₃ 计), mg/g | — | 400 |
| 亚磷酸含量, % | ≤ 3.5 | — |
| 磷酸含量, % | ≤ 0.8 | — |
| 总无机磷酸(以 PO ₄ ³⁻ 计)含量, % | — | 3.5 |
| 氯化物(以 Cl ⁻ 计)含量, % | ≤ 2.0 | 1.0 |
| 铁(以 Fe ²⁺ 计)含量, μg/g | ≤ 20 | 20 |
| pH 值(10 g/L 水溶液) | ≤ 2.0 | 2.0 |
| 密度(20℃), g/cm ³ | ≥ 1.30 | 1.30 |

3、指标参数的确定

3.1 钙螯合值

钙螯合值是指每克试样能够螯合的碳酸钙的质量的数值,可以直观地表征氨基三亚甲基膦酸的阻垢性能,也是国内外客户十分关注的产品指标。本次修订重新增加了钙螯合值指标,根据行业调研以及对标国外企业产品标准,确定钙螯合值指标为400mg/g。

3.2 总无机磷酸含量

氨基三亚甲基膦酸产品中亚磷含量测定不准一直是困扰生产企业、检测机构的问题。亚磷含量测定再现性很差,目前尚无解决办法。究其原因,行业上认同的观点是ATMP产品本身干扰亚磷测定。由于亚磷的不稳定存在,ATMP产品中的部分亚磷被氧化成磷酸盐,也影响ATMP产品中磷酸含量的准确测定。

本次修订基于标准可重复使用和指导性的原则,删除了原标准中磷酸和亚磷酸的指标。创新性的将杂质性指标设为总无机磷,其中囊括了ATMP产品中的磷酸含量、亚磷酸含量以及次磷酸含量。消除了测定数据不稳定,再现性差的问题。通过试验比对和行业调研,将总无机磷指标确定为3.5%。

3.3 氯化物含量

氯化物杂质是由生产工艺过程中加入的反应促进物盐酸引入的。盐酸的加入不仅能够提升反应动力,还能降低产品中磷酸杂质含量。但若控制不当,会引起ATMP产品中氯化物含量过高,减低产品的稳定性,低温情况下易产生结晶。国外企业标准一直将氯化物含量指标限定在1.0%,原标准考虑到当时技术水平,将氯化物指标定为2.0%。随着我国在领域内的技术水平的提升,我国ATMP产品以达到国际先进水平,本次修订氯化物指标与国外企业标准一致,确定为1.0%。

3.4 其它指标

此次修订在原标准的基础上,结合目前实际生产及使用情况,活性组分、氨基三亚甲基膦酸含量、pH值、密度、铁含量的指标参数均未做调整,仍与原标准HG/T 2841-2005一致。

4、试验方法的确定

本次修订试验方法部分主要增加了钙螯合值和总无机磷酸含量的测定,完善了氯化物和铁含量测定方法,具体内容如下。

4.1 钙螯合值测定方法

本标准的1997年版本(HG/T 2841—1997)中规定了钙螯合值的测定方法,且钙螯合值测定方法属于有机膦水处理剂中经典测定方法,方法科学稳定,易于操作。本次修订直接恢复了此方法,具体详见“三、主要试验验证数据的分析、综述报告、技术经济论证、预期的经济效果”。

4.2 总无机磷酸测定方法

总无机磷含量指标的设定是为了解决原标准中亚磷测定准确性、再现性差的问题,通过电位滴定法测定ATMP中总磷酸含量,减去活性组分(总有机膦)含量,即可得到总无机磷酸含量。基于电位滴定法和硫酸铜滴定法的稳定性,可以得到准确性和再现性均良好的总无机磷酸含量。体详见“三、主要试验验证数据的分析、综述报告、技术经济论证、预期的经济效果”。

4.3 氯化物测定方法

原标准中氯化物的测定，是先将试液pH值调至中性后再进行硝酸银标准溶液的滴定。经行业调研，相关单位建议同GB/T 26324《羟基亚乙基二膦酸》等有机膦水处理剂产品中氯化物测定保持一致，即不预先调节试液的pH值，直接硝酸银标准滴定溶液的滴定。

通过 t 检验法判断后得知，两种方法在测定 ATMP 产品中氯化物含量均无显著性差异，为了与其他有机膦产品中氯化物含量测定方法一致，便于使用者测定，故本次修订采用了 GB/T 26324《羟基亚乙基二膦酸》等有机膦水处理剂产品中氯化物测定方法，即删除了预先调节 pH 的操作。体详见“三、主要试验验证数据的分析、综述报告、技术经济论证、预期的经济效果”。

4.2 铁含量的测定

原标准中铁含量的测定，未进行加热消解过程，产品中的铁与ATMP产品螯合，无法测得铁的实际含量（结果都是未检出）。本次修订相关单位建议同GB/T 26324《羟基亚乙基二膦酸》等有机膦水处理剂产品中铁含量测定保持一致，该方法是与美国孟山都公司的测定方法一致。即增加了加热消解操作，使螯合的铁释放出来，从而准确测得ATMP产品中的铁含量，具体详见“三、主要试验验证数据的分析、综述报告、技术经济论证、预期的经济效果”。

三、主要试验验证数据的分析、综述报告、技术经济论证、预期的经济效果

（一）对重要性能指标的分析

本标准在原标准HG/T 2841-2005基础上，结合目前实际生产和使用情况，对技术指标做了如下修改：

- 增加了钙螯合值的指标及测定方法；
- 增加了总无机磷酸的指标及测定方法；
- 调整了氯化物的指标及测定方法；
- 修改了铁含量的测定方法。

修改后的内容经生产企业验证，提高了产品质量，且符合实际生产情况，并易于操作。验证试验结果显示试验方法测定结果准确，平行性好。

（1）钙螯合值测定方法

根据本标准内容对ATMP产品进行钙螯合值的测定，测定结果见表5。

表5 钙螯合值测定数据

| 样品 | 称样量 g | 钙标液浓度 mg/mL | 钙标液体积 mL | 钙螯合值 (以 CaCO_3 计) mg/g | 钙螯合值平均值 (以 CaCO_3 计), mg/g |
|----|----------|----------------|-------------|---------------------------------------|---|
| 1 | 1.4327 | 10.34 | 25.80 | 465.0 | 461.6 |
| | 1.4829 | 8.780 | 30.98 | 458.1 | |
| 2 | 1.4962 | 10.34 | 26.92 | 464.6 | 465.2 |
| | 1.4805 | 11.46 | 24.10 | 465.9 | |
| 3 | 1.5355 | 10.34 | 28.10 | 472.5 | 470.0 |
| | 1.5033 | 11.46 | 24.56 | 467.6 | |
| 4 | 1.5585 | 10.34 | 27.80 | 460.6 | 458.0 |

| | | | | | |
|---|--------|-------|-------|-------|-------|
| | 1.4882 | 8.780 | 30.90 | 455.3 | |
| 5 | 1.5712 | 11.56 | 24.93 | 458.0 | 455.6 |
| | 1.4803 | 8.780 | 30.60 | 453.2 | |

(2) 总无机磷含量测定

氨基三亚甲基膦酸及其杂质（其他有机膦酸以及磷酸和亚磷酸等无机磷酸）电离出的氢离子与氢氧根离子反应，在反应过程中产生两个突跃点，用自动记录仪绘制滴定曲线，然后根据滴定曲线来计算总磷酸含量。再减去活性组分对应的有机膦含磷，即得总无机磷酸含量。测定数据见表6。

表6 总无机磷测定数据

| 样品 | 称样量 g | NaOH 标液浓度 | NaOH 标液 体积 /mL | 总磷 含量 /% | 平均 值/% | 称样量 /g | 硫酸铜 标液浓度 | 体积 /mL | 活性组分 (以 ATMP 计) /% | 平均 值/% | 有机 膦含量(以 PO ₄ 计) | 总无 机磷 含量 /% |
|----|----------|--------------|-------------------------|----------------|-----------|-----------|-------------|-----------|--------------------------|-----------|--------------------------------------|----------------------|
| 1 | 1.4527 | 1.1330 | 6.881 | 50.98 | 51.11 | 5.0049 | 0.02152 | 19.65 | 50.53 | 50.54 | 48.17 | 2.94 |
| | 1.4653 | 1.0960 | 7.210 | 51.23 | | 4.9987 | 0.02014 | 20.98 | 50.55 | | | |
| 2 | 1.4835 | 1.1330 | 7.042 | 51.09 | 51.02 | 4.9852 | 0.02152 | 19.48 | 50.29 | 50.32 | 47.97 | 3.05 |
| | 1.4768 | 1.0960 | 7.225 | 50.94 | | 5.0291 | 0.02014 | 21.03 | 50.36 | | | |
| 3 | 1.6262 | 1.0345 | 8.438 | 50.99 | 50.91 | 4.9991 | 0.02152 | 19.6 | 50.46 | 50.51 | 48.14 | 2.77 |
| | 1.5870 | 1.0211 | 8.315 | 50.82 | | 5.0098 | 0.02014 | 21.03 | 50.56 | | | |
| 4 | 1.6276 | 1.0345 | 8.471 | 51.15 | 51.20 | 5.0212 | 0.02152 | 19.76 | 50.64 | 50.72 | 48.34 | 2.85 |
| | 1.5712 | 1.0211 | 8.300 | 51.24 | | 4.9794 | 0.02014 | 21 | 50.79 | | | |
| 5 | 1.5157 | 1.0345 | 7.888 | 51.15 | 51.11 | 4.9985 | 0.02013 | 21.08 | 50.77 | 50.67 | 48.29 | 2.82 |
| | 1.4766 | 1.0211 | 7.775 | 51.08 | | 5.0574 | 0.02076 | 20.6 | 50.57 | | | |
| 6 | 1.5107 | 1.0819 | 7.522 | 51.18 | 51.20 | 4.9870 | 0.02013 | 20.88 | 50.40 | 50.50 | 48.13 | 3.07 |
| | 1.4997 | 1.0341 | 7.821 | 51.23 | | 5.0666 | 0.02076 | 20.65 | 50.60 | | | |

(3) 氯化物含量的测定

本次修订同 GB/T 26324《羟基亚乙基二膦酸》等有机膦水处理剂产品中氯化物测定保持一致，即不预先调节试液的 pH 值，直接硝酸银标准滴定溶液的滴定。使用两种方法对同一 ATMP 产品进行了氯化物含量的测定。数据对比见表 7。

表7 氯含量方法对比试验数据

| 序号 | 原标准 | 本文件修订后方法 |
|----|------|----------|
| 1 | 0.87 | 0.93 |

| | | |
|-----------------|-------|-------|
| 2 | 0.88 | 0.88 |
| 3 | 0.91 | 0.89 |
| 4 | 0.90 | 0.89 |
| 5 | 0.88 | 0.90 |
| 6 | 0.90 | 0.89 |
| 7 | 0.91 | 0.88 |
| 8 | 0.89 | 0.88 |
| 9 | 0.90 | 0.88 |
| 10 | 1.00 | 0.99 |
| 平均值 \bar{x} | 0.904 | 0.901 |
| 标准偏差 S | 0.034 | 0.031 |
| 相对标准偏差 (精密度) | 3.81% | 3.49% |

对比试验数据分析:

通过 t 检验法来检查两种方法测定的两组数据间有无显著性差异:

其中 $n_1=10$, $n_2=10$, $\bar{x}_1=0.904$, $\bar{x}_2=0.901$, $S_1^2=0.001156$, $S_2^2=0.000961$, $\bar{S}=0.0325$, $t=0.2064$, 查 t 分布表, 在 $\alpha=0.05$, $f=18$, $t_{0.05,18}=2.10$ 。 $t < t_{0.05,18}$, 说明两组测定值间无显著性差异。

结论: 通过 t 检验法判断后得知, 不预先调节试液的 pH 值即进行 ATMP 产品中氯化物含量测定并无均无显著性差异, 故删除原标准中预先条件 pH 值的操作步骤。

(4) 铁含量测定方法

1. 铁校准曲线

按本标准铁校准曲线测定步骤, 绘制铁校准曲线, 相关数据见表 8 和图 1。

表 8 铁标准曲线数据

| | | | | | | |
|-------------------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 铁质量 μg | 0 | 20 | 40 | 60 | 80 | 100 |
| 吸光度 A | 0.000 | 0.121 | 0.243 | 0.364 | 0.485 | 0.598 |
| 线性回归 方程 | Y=0.006x+0.0016 | | | | | |
| 相关系数 | 0.9999 | | | | | |
| 注：使用 3cm 吸收池测定。 | | | | | | |

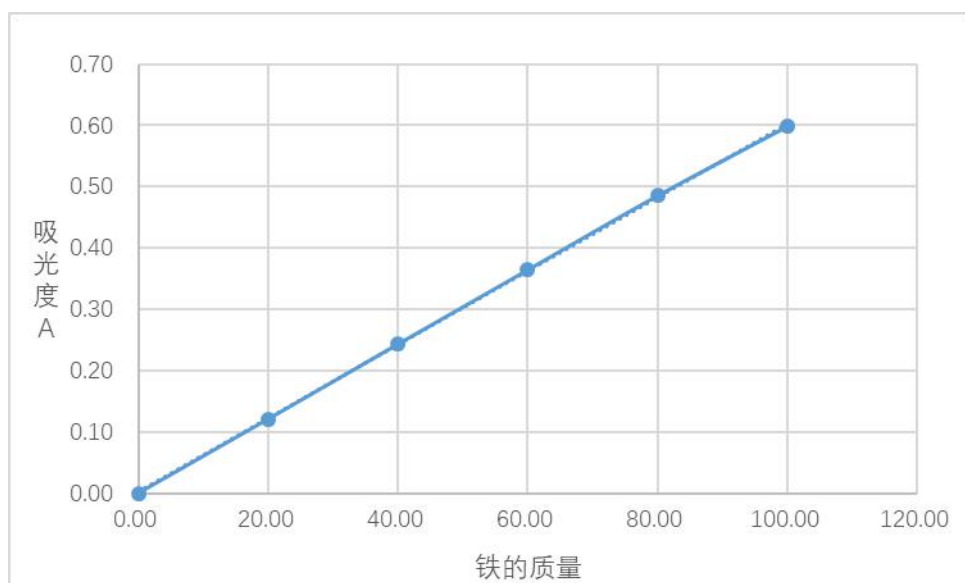


图 1 铁校准曲线

2.2 重复性试验加标回收试验

选取两个样品进行铁的重复性试验及加标回收试验，数据见表 9。

表 9 铁含量重复性试验数据及回收率

| 项目 | | 样品 1 | | | | 样品 2 | | | |
|------------------|-------------------------|--------|-------|-------------------|----------------|--------|-------|-------------------|----------------|
| | | 称样量/g | 吸光度 | 质量/ μg | 铁含量/% | 称样量/g | 吸光度 | 质量/ μg | 铁含量/% |
| 产 品 测 定 | 1 | 2.0444 | 0.161 | 26.55 | 12.99 | 2.0984 | 0.114 | 18.84 | 8.98 |
| | 2 | 2.0270 | 0.160 | 26.38 | 13.01 | 1.9870 | 0.106 | 17.50 | 8.81 |
| | 3 | 2.0246 | 0.162 | 26.71 | 13.19 | 2.0030 | 0.108 | 17.84 | 8.90 |
| | 4 | 2.0306 | 0.161 | 26.55 | 13.07 | 2.0041 | 0.108 | 17.84 | 8.90 |
| | 5 | 1.9987 | 0.160 | 26.38 | 13.20 | 1.9987 | 0.107 | 17.67 | 8.84 |
| | 6 | 2.0041 | 0.161 | 26.55 | 13.25 | 2.0142 | 0.109 | 18.00 | 8.94 |
| | 7 | 2.0153 | 0.161 | 26.55 | 13.17 | 2.0203 | 0.109 | 18.00 | 8.91 |
| | 8 | 1.9976 | 0.161 | 26.55 | 13.29 | 2.0521 | 0.108 | 17.84 | 8.69 |
| | 平均值 | | | | 12.99 | | | | 8.98 |
| | 标准偏差 | | | | 0.103 | | | | 0.084 |
| | 相对标准偏差 | | | | 0.79% | | | | 0.94% |
| 回 收 试 验 | 加标量 20 μg | 2.0299 | 0.287 | 47.53 | 回收率 103.68% | 1.9985 | 0.226 | 37.63 | 回收率 99.22% |
| | | 2.0600 | 0.289 | 47.87 | 回收率 103.39% | 2.0180 | 0.227 | 37.80 | 回收率 99.20% |
| | 加标量 30 μg | | | | | 2.0708 | 0.290 | 48.37 | 回收率 99.80% |
| | | | | | | 2.0146 | 0.289 | 48.20 | 回收率 100.90% |
| | 加标量 40 μg | 2.0499 | 0.413 | 68.52 | 回收率 103.65% | | | | |

| | | | | | | | | | |
|--|--|--------|-------|-------|----------------|--|--|--|--|
| | | 2.0700 | 0.416 | 69.02 | 回收率 104.24% | | | | |
|--|--|--------|-------|-------|----------------|--|--|--|--|

从重复性试验数据分析,铁含量测定方法稳定,重复性良好。从加标回收试验数据分析,一倍加标回收率为 103.3%~103.7%之间,二倍加标回收率 99.0%~99.2%之间,三倍加标量为 99.8%~104.3%测定结果准确,可以满足测定要求。

(二) 预期达到的经济效益

本次修订的内容主要是为了满足目前生产企业和市场的需求。修订后,技术指标得到了提升,测定方法更为科学可靠,充分体现标准的先进性,实现了以高质量的标准促进水处理剂氨基三亚甲基膦酸行业高质量发展的目的。通过标准的修订规范水处理剂氨基三亚甲基膦酸企业的生产行为,引导和促进行业健康发展。本标准的实施对保障市场正常秩序,促进社会经济发展,消除贸易技术壁垒,促进国际贸易开展起到积极地推动作用。

四、采用国际标准和国外先进标准的程度, 以及与国际、国外同类标准水平的对比情况, 或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

经查,目前尚无相关国际和国外先进标准。可查找到的还是十几年前的美国孟山都的产品标准(目前仍为国外客户所使用)。本次修订在原标准的基础之上,结合我国氨基三亚甲基膦酸产品的生产水平、原料使用情况、生产工艺、用户使用需求以及环保排放要求等方面进行修订。本标准规定的氨基三亚甲基膦酸的产品指标活性组分、氯化物、pH 值均与美国孟山都产品标准一致,同时我国标准还设立了氨基三亚甲基膦酸含量这一主要产品指标,其含量直接表征了产品的含量。同时增加了总无机磷酸含量的指标,以此指标来判定氨基三亚甲基膦酸产品中没有阻垢缓蚀性能、未转换的属于杂质范畴的无机磷酸含量的指标。以及增加了表征产品阻垢性能的钙螯合值指标。指标设置合理,分析方法均采用科学经典的分析方法,可操作性强,从而使结果更加稳定、精确、可靠。因此本标准达到国际先进水平。

五、与现行相关法律、法规、规章及相关标准,特别是强制性标准的协调性

与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧意见。

七、贯彻标准的要求和措施建议

建议尽快发布本标准并自发布之日起六个月实施。建议标准实施后组织标准宣贯,使标准应用单位了解标准内容,促进标准实施应用。本标准反映了目前国内实际生产技术水平,可积极向国内生产单位、用户、质检机构等相关单位推荐使用本标准。建议尽快发布实施本标准。

八、废止现行有关标准的建议

无。

九、其他应予说明的事项

无。

《水处理剂 氨基三亚甲基膦酸》行业标准编制组
2022 年 5 月 20 日

附表 1：生产企业的质量月报

| 批号 | 活性组分 (以 ATMP 计) 含量, % | 氨基三亚甲 基膦酸含 量, % | 钙螯合值, mgCaCO ₃ /g | 总无机磷酸 (以 PO ₄ ³⁻ 计) 含量, % | 氯化物含 量, % | 铁含量 ug/g | pH 值 (10g/L 水 溶液) | 密度(20℃) g/cm ³ |
|---------|-----------------------------|-----------------------|---------------------------------|---|--------------|-------------|-------------------------|------------------------------|
| C220104 | 50.82 | 42.40 | 468 | 3.27 | 0.54 | 7.80 | 1.60 | 1.361 |
| E220106 | 50.64 | 41.60 | 472 | 3.07 | 0.60 | 8.50 | 1.60 | 1.357 |
| C220109 | 50.51 | 42.06 | 470 | 2.93 | 0.60 | 7.40 | 1.60 | 1.360 |
| B220214 | 50.65 | 40.54 | 466 | 2.82 | 0.72 | 11.40 | 1.60 | 1.353 |
| C220227 | 50.47 | 40.80 | 469 | 3.16 | 0.79 | 8.10 | 1.65 | 1.353 |
| C220310 | 50.64 | 41.40 | 466 | 2.94 | 0.72 | 8.70 | 1.60 | 1.351 |
| C220327 | 50.48 | 42.30 | 464 | 2.87 | 0.65 | 9.90 | 1.65 | 1.35 |
| C220414 | 50.65 | 42.40 | 475 | 3.06 | 0.66 | 12.60 | 1.70 | 1.362 |
| F220417 | 50.75 | 42.50 | 477 | 3.20 | 0.68 | 13.10 | 1.60 | 1.362 |
| C220430 | 50.72 | 42.00 | 472 | 2.98 | 0.61 | 12.00 | 1.70 | 1.358 |
| E220511 | 50.78 | 42.20 | 473 | 3.30 | 0.65 | 12.20 | 1.70 | 1.360 |