

《工业循环冷却水中苯并三氮唑的测定》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〕276号《工业和信息化部办公厅关于印发2021年第四批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》的要求，修订HG/T 3519-2012《工业循环冷却水中苯并三氮唑测定》行业标准，计划号为2021-0324T-HG，计划名称为《工业循环冷却水中苯并三氮唑的测定》。按照制修订计划，本标准应于2022年完成报批。

本标准由中海油天津化工研究设计院有限公司、等、等单位共同起草。本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会（SAC/TC 63/SC 5）归口。

2 简要情况

2.1 目的、意义

苯并三氮唑简称BTA，是金属铜的缓蚀剂、稳定剂。在水中能游离出 H^+ ，其负离子能与金属铜表面上的活性铜原子或铜离子结合成十分稳定的络合物，能修补铜金属表面自然形成的氧化亚铜保护膜。其所形成的膜十分致密牢固，其厚度虽只有几个分子，约数百纳米厚，但缓蚀效果很好。在碳钢及铜设备同时存在的系统中加入苯并三氮唑等唑类缓蚀剂，既保护了铜设备，也保护了碳钢设备。因为一旦铜受到腐蚀，铜离子会被化学活泼性大的铁还原，使铜沉积在钢材上，形成电偶腐蚀。苯并三氮唑对铝、铸铁、镍、锌等金属材料也有防蚀作用，同时可与多种缓蚀剂配合，如与铬酸盐、聚合磷酸盐、钼酸盐、硅酸盐、亚硝酸盐、ATMP、HEDP、EDTMP等并用，提高缓蚀效果。在密闭循环冷却水系统中缓蚀效果甚佳，可以和多种阻垢剂、杀菌灭藻剂配合使用。

苯并三氮唑对聚磷酸盐的缓蚀作用不干扰，对氧化作用的抵抗力很强，抗氯性能比巯基苯并噻唑好。但是当它与自由性氯同时存在时，则丧失了对铜的缓蚀作用，而在氯消失后，其缓蚀作用又得到恢复。其使用浓度一般为1mg/L~2mg/L，在pH值5.5~10的范围内缓蚀作用都很好，但在pH值低的介质中缓蚀作用降低。

因此，在循环冷却水系统中有铜设备时，常在复配水处理药剂中添加苯并三氮唑以防铜的腐蚀。但在水循环过程中，BTA有可能被不断消耗，而影响水循环系统的稳定。因此，快速、准确测定BTA产品及循环冷却水中苯并三氮唑的浓度，对于确保冷却水系统的长期稳定运行具有重要意义。另外，随着水处理技术水平的不断发展进步、药剂的推陈出新，水中苯并三氮唑的测定不仅会受到与之配伍的其它药剂的影响，还会受到诸如水质变化、系统运行条件改变等的影响，因此需对方法加以补充和改进。因此本标准的修订十分必要，可以对循环冷却水中的苯并三氮唑进行监控，及时调整补充。本方法快捷简便，还可用作复配药剂中苯并三氮唑的测定方法。同时HG/T 3519-2012《工业循环冷却水中苯并三氮唑测定》行业标准实施至今已近十年，也有必要对原标准进行修订以适应技术进步。

本标准测定对象属于石化化工行业水处理领域专用化学品，本标准的修订利于实现工业循环冷却水系统中该类水处理剂的快速准确监测，从而有利于该水处理剂的应用效果评价，提升该产品的应用质量水平。本标准符合《原材料工业质量提升三年行动方案（2018-2020年）》中实现“大宗基础有机化

工原料、重点合成材料、专用化学品的质量水平显著提升”的行动目标要求，满足水处理剂产品绿色、节能、节水、安全、环保发展需要。

2.2 国内外情况说明

目前国内关于测定水及复配药剂中苯并三氮唑含量的相关方法有：紫外分光光度法、毛细管电泳法、间接原子吸收光谱法及高效液相色谱法等。经调研，很多苯并三氮唑生产企业大量采用气相色谱法或液相色谱法进行产品的质量控制，气相色谱法或液相色谱法测定技术成熟，且分析速度快，自动化程度高，能满足快速监测和批量分析的检测要求。但由于本标准测定范围为循环冷却水及复配的水处理药剂，试样成分复杂，干扰因素多，不符合气相色谱法对于试样的要求，因此气相色谱法不适用于本标准。所以本次修订主要考虑增加液相色谱法测定复配药剂中BTA的含量，并将紫外分光光度法进行修改完善。

经查，本标准无对应的国际标准或国外先进标准。

（二）主要工作过程

1 起草阶段（2021年8月-2022年5月）

1.1 起草工作组

由中海油天津化工研究设计院有限公司（简称“天津院”）、、、、、等单位组成。

1.2 分工情况

天津院主要负责标准制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、征集试验样品、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。

其他单位主要负责参与试验方案的讨论、开展试验方法验证和数据统计、参加工作会议讨论、对标准过程稿件提出修改意见等。

1.3 调查研究过程

归口单位接到上级部门下达的修订推荐性行业标准《工业循环冷却水中苯并三氮唑的测定》的计划后，将计划通知发给牵头起草单位天津院，成立标准研制小组，同时归口单位查阅了国内外标准及有关技术资料，并向相关单位发函，进行调查并广泛征求对标准制定工作的意见。

2021年8月~2021年10月，调研和收集国内外相关标准和技术资料，了解工业循环冷却水及复配药剂中苯并三氮唑含量测定现状，并进行相应的试验，在此基础上制定标准草稿和编制说明。

2021年10月29日~11月1日，全国化学标准化技术委员会水处理剂分会在浙江省杭州市召开2021年年会暨2022年标准修订启动会，出席会议的有分会秘书处、分会委员、标准起草单位、科研院所、大专院校、标准出版社及生产厂家等共计80家单位的110位代表。会上，由起草单位详细讨论了标准草案具体内容，讨论了标准修订需做试验的具体内容、目标要求、试验方法等。

确定了标准的修订内容，与HG/T 3519—2012相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 修改了适用范围（见第1章，2012年版的第1章）；
- 修改了紫外分光光度法（见第4章，2012年版的第3章、第4章、第5章、第6章、第7章）；
- 增加了高效液相色谱法（见第5章）。

2022年4月，起草工作组针对前期工作情况再一次召开了工作方案会，并对各项工作任务及工作进度做了详细的安排。

1.4 验证过程（试验过程）

2021年2月至2022年5月，由中石化燕山分院、宁夏瑞泰、鞍钢栗田、天津院等单位对以下试验内容进行了验证试验：

- 1) 紫外分光光度法试验条件的选择;
- 2) 校准曲线范围;
- 3) 回收率试验;
- 4) 高效液相色谱法。

验证试验的结果详见“三、主要试验（或验证）的分析”。

1.5 工作组讨论稿（征求意见稿）的形成

根据前期讨论及试验验证等起草阶段工作情况，起草工作组于2022年5月提出工作组讨论稿。

2 标准征求意见阶段（2022 年 5 月-2021 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2021年7月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 一个，收到征求意见稿后回函单位数 一个，收到征求意见稿后回函并有建议或意见的单位数 一个，没有回函的单位数 一个。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（2022 年 7 月）

4 报批阶段（2022 年 8 月）

二、标准编制原则、标准体系和确定标准主要内容

（一）标准编制原则

本标准在制定过程中，起草单位遵循规范性、科学性、适用性原则，旨在能提供更为科学准确的试验方法，以达到能完善现有标准的目的。

1、规范性原则：根据 GB/T 1.1-2020、GB/T 20000、GB/T 20001 等相关规定进行编写。

2、科学性原则：任务下达后，归口单位联合起草单位查阅了相关的国内外资料。由此确定了科学准确的测定方法，并进行了相关验证实验，确保标准试验方法的可行性和可靠性，保障了标准的科学性要求。

3、适用性原则：本标准制定过程中，归口单位、起草单位以及相关检测单位多次相互交换意见及建议，探讨标准内容的可行性，确保标准要求可以有效适用于方法检测的需要。

（二）标准体系

本标准在水处理剂标准体系中的位置：

体系类目名称：水处理剂-方法-循环冷却水及锅炉用水水质分析

体系类目编号：01-063-05-03-02

体系编号：01-063-05-03-02-047

（三）确定标准修订主要内容的论据

BTA 的结构式用简式 HB 表示，在酸性介质中能结合一个 H^+ 生成 H_2B^+ ，在碱性介质中能失去一个 H^+ 而生成 B^- ，因此 BTA 在水溶液中有三种存在形式 H_2B^+ 、HB、 B^- 。三种形式的分布系数随酸度变化而变化。

所以不同 pH 体系，BTA 的存在形式不同，相应的最大吸收波长亦不同。因此在紫外检验时增加缓冲溶液的加入，规范测定体系的 pH 范围的一致性，考虑用氢氧化钾溶液作为 pH 调节溶液（或缓冲溶液）。在 pH 范围确定下来后，再进行最大吸收波长的选择。再通过加标回收试验验证该试验条件下方法的准确性。

三、主要试验（或验证）的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益

1 对重要步骤过程的分析

1.1 紫外分光光度法试验条件的确定

1.1.1 酸度的影响及选择

经验证，同一浓度的 BTA 校准溶液在 259nm 处，溶液 pH 值与吸光度的关系见表 1。从表 1 可以看出，不同酸度条件下，BTA 在特定波长处的吸光度值不同。

表 1

pH 值	吸光度
2.0	0.218
3.0	0.223
3.9	0.212
5.76	0.213
7.7	0.201
9.5	0.191
10.99	0.189

经验证，加不同量的氢氧化钾溶液，BTA 标液的 pH 值的变化见表 2。从表 2 可以看出，KOH 浓度为 56g/L 时，每 100mL 溶液中加入量在 0.5mL 以上时，溶液的 pH 范围基本已大于 11，根据 BTA 存在形式的分布系数，在此 pH 范围主要为 B⁻。综合考虑，选择 KOH 溶液（56g/L）的加入量为 2mL/100mL。

表 2

KOH 溶液浓度, g/L	0	0.056	0.56	5.6	56	56	56	56	56	56
KOH 溶液加入量, mL	0	1	1	1	0.5	1	2	3	4	5
pH 值（天津院）	7.71	7.62	9.14	10.72		11.81	12.08			
pH 值（燕山）					12.52	12.89	13.25	13.45	13.60	13.72
pH 值（宁夏）					11.82	12.17	12.45	12.61	12.74	12.84
pH 值（宁夏）					11.86	12.16	12.46	12.61	12.74	12.84
pH 值（鞍钢）					11.30	11.51	11.78	11.94	12.05	12.14
pH 值（鞍钢）					11.34	11.56	11.85	12.03	12.12	12.24

1.1.2 最大吸收波长的选择

（1）不同 pH 条件下的光谱扫描试验

BTA 标准贮备溶液浓度为 50.1mg/L（=（0.1002g/100mL）*5mL/100mL）；

BTA 测试溶液浓度为 2.505mg/L（=50.1mg/L*5mL/100mL）。

试验结果见表 3。绘制光谱扫描结果见图 1。

表3

样品号	0#	1#	2#	3#	4#
KOH 加入量	0	0.056g/L*1mL	0.56g/L*1mL	5.6g/L*1mL	56g/L*1mL
pH 值	7.71	7.62	9.14	10.72	11.81
波长(nm)	吸光度	吸光度	吸光度	吸光度	吸光度
300.0	0.0051	0.0054	0.0032	0.0038	0.0046
290.0	0.0549	0.0557	0.0678	0.0715	0.0728
285.0	0.0836	0.0855	0.1181	0.1267	0.1281
282.0	0.0993	0.1009	0.1547	0.1688	0.1706
279.0	0.1063	0.1081	0.1690	0.1849	0.1864
277.0	0.1092	0.1108	0.1748	0.1911	0.1926
276.0	0.1099	0.1120	0.1772	0.1941	0.1955
275.0	0.1109	0.1129	0.1788	0.1961	0.1984
274.0	0.1105	0.1133	0.1797	0.1966	0.1988
273.0	0.1116	0.1138	0.1785	0.1951	0.1975
272.0	0.1112	0.1135	0.1756	0.1915	0.1936
271.0	0.1119	0.1137	0.1725	0.1884	0.1901
270.0	0.1120	0.1139	0.1697	0.1842	0.1860
267.0	0.1160	0.1180	0.1605	0.1711	0.1734
266.0	0.1182	0.1194	0.1572	0.1671	0.1684
265.0	0.1203	0.1226	0.1540	0.1620	0.1637
264.0	0.1222	0.1242	0.1490	0.1561	0.1580
263.0	0.1251	0.1257	0.1439	0.1486	0.1509
262.0	0.1262	0.1282	0.1392	0.1418	0.1437
261.0	0.1274	0.1284	0.1325	0.1339	0.1355
260.0	0.1276	0.1281	0.1258	0.1257	0.1274
259.0	0.1265	0.1277	0.1198	0.1181	0.1203
258.0	0.1256	0.1261	0.1135	0.1105	0.1124
257.0	0.1246	0.1254	0.1077	0.1034	0.1055
256.0	0.1235	0.1242	0.1020	0.0968	0.0985
255.0	0.1221	0.1223	0.0967	0.0903	0.0925
250.0	0.1077	0.1077	0.0718	0.0633	0.0651
245.0	0.0835	0.0834	0.0480	0.0400	0.0424
240.0	0.0626	0.0630	0.0342	0.0279	0.0307
235.0	0.0445	0.0451	0.0275	0.0247	0.0287
230.0	0.0342	0.0356	0.0299	0.0314	0.0386
225.0	0.0292	0.0298	0.0369	0.0443	0.0605
220.0	0.0322	0.0341	0.0608	0.0797	0.1404

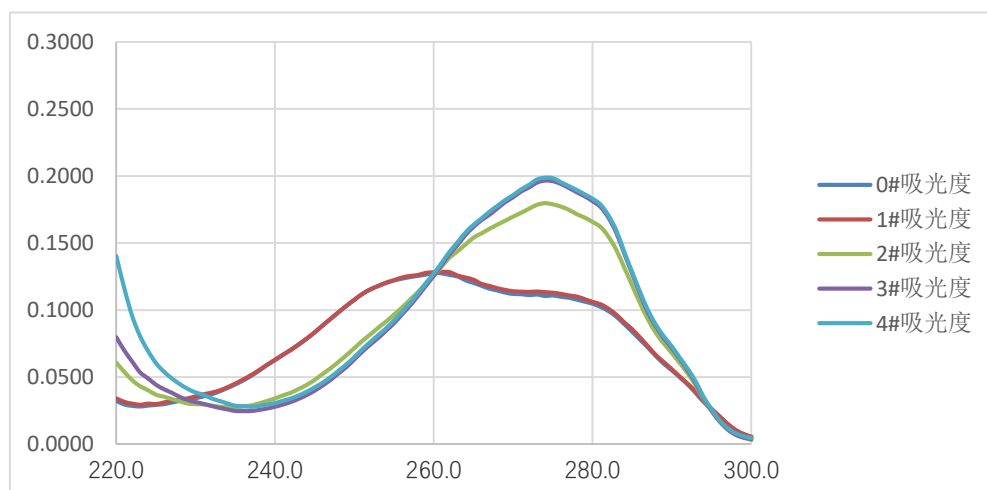


图1

从表3、图1可以看出，pH值为10.72(3#)和11.81(4#)的两组光谱扫描的最大吸收波长为274nm，且吸光度值基本一致。0#、1#两组试验的pH值范围在7-8之间，最大吸收波长为259nm，吸光度值偏小。

(2) pH值设定为12左右的光谱扫描试验

BTA标准贮备溶液浓度为50.1mg/L ($= (0.1002\text{g}/100\text{mL}) * 5\text{mL}/100\text{mL}$)；KOH溶液(56g/L)的加入量为2mL/100mL。试验结果见表4。绘制光谱扫描结果见图2。

表4

样品号	1	2	3	4	5
BTA 标液浓度	0.501ppm	1.002ppm	2.004ppm	4.008ppm	5.010ppm
pH 值	12.04	12.08	12.08	12.07	12.09
波长(nm)	吸光度	吸光度	吸光度	吸光度	吸光度
300.0	0.0023	0.0003	0.0111	0.0111	0.0094
295.0	0.0070	0.0095	0.0284	0.0452	0.0521
290.0	0.0169	0.0282	0.0659	0.1192	0.1444
285.0	0.0284	0.0500	0.1110	0.2091	0.2565
280.0	0.0398	0.0722	0.1552	0.2979	0.3672
277.0	0.0421	0.0761	0.1627	0.3136	0.3866
276.0	0.0425	0.0777	0.1654	0.3180	0.3930
275.0	0.0438	0.0789	0.1682	0.3226	0.3977
274.0	0.0438	0.0790	0.1681	0.3233	0.3991
273.0	0.0426	0.0776	0.1665	0.3199	0.3940
272.0	0.0420	0.0764	0.1637	0.3147	0.3880
271.0	0.0414	0.0748	0.1601	0.3084	0.3803
270.0	0.0406	0.0736	0.1576	0.3023	0.3728
265.0	0.0357	0.0638	0.1394	0.2656	0.3266
260.0	0.0279	0.0489	0.1100	0.2070	0.2537
259.0	0.0268	0.0464	0.1046	0.1959	0.2390
258.0	0.0250	0.0432	0.0980	0.1840	0.2242
257.0	0.0234	0.0401	0.0922	0.1720	0.2091
256.0	0.0220	0.0375	0.0868	0.1607	0.1961

255.0	0.0207	0.0348	0.0824	0.1506	0.1841
250.0	0.0150	0.0238	0.0604	0.1069	0.1289
245.0	0.0103	0.0144	0.0419	0.0696	0.0820
240.0	0.0077	0.0092	0.0326	0.0499	0.0577
235.0	0.0063	0.0074	0.0297	0.0435	0.0499
230.0	0.0073	0.0084	0.0335	0.0520	0.0595
225.0	0.0098	0.0130	0.0422	0.0682	0.0791
220.0	0.0158	0.0234	0.0657	0.1121	0.1317

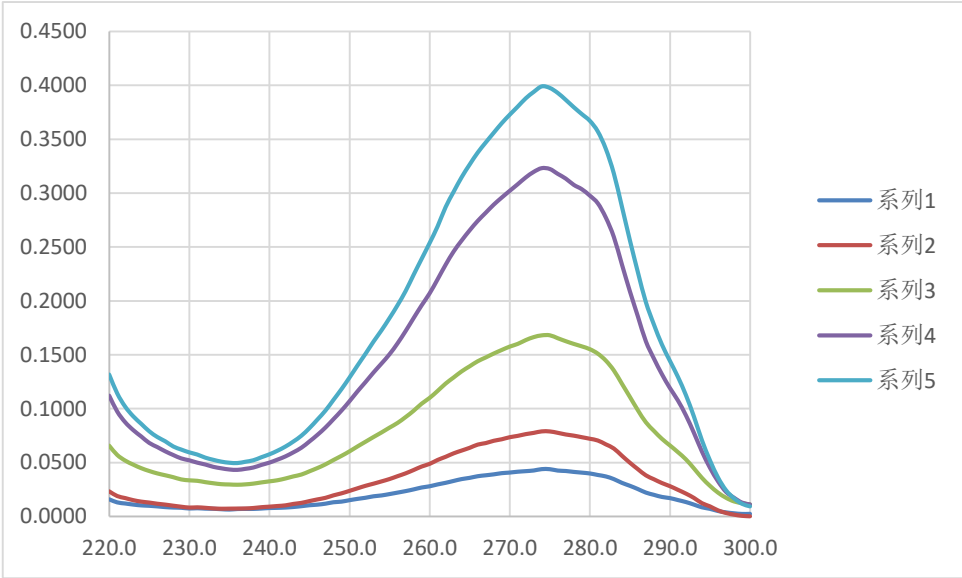


图2

从表4、图2可以看出，pH12条件下不同浓度的BTA标液的最大吸收波长均为274nm。

1.2 紫外分光光度法校准曲线的绘制

分别移取0.00mL（试剂空白）、1.00mL、2.00mL、4.00mL、8.00mL、10.00mL苯并三氮唑标准溶液（50.1mg/L）于六个100mL容量瓶中，加入2mL氢氧化钾溶液（56g/L），用水稀释至刻度，摇匀。该系列校准溶液的苯并三氮唑含量分别为0.0mg/L、0.501mg/L、1.002mg/L、2.004mg/L、4.008mg/L、5.010mg/L。使用分光光度计，用1cm吸收池，在274nm波长处，以水作参比测定吸光度。以校准溶液中苯并三氮唑的含量（mg/L）为横坐标，相对应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线，并计算出回归方程。结果见表5，校准曲线见图3。标准曲线的线性回归方程为 $Y=0.07799X+0.003706$ （Y为吸光度，X为BTA溶液的浓度（mg/L）），相关系数 $R=0.9999$ 。

表 5

序号	BTA 浓度 (mg/L)	吸光度
1	0.000	0.0028
2	0.501	0.0449
3	1.002	0.0809
4	2.004	0.1595
5	4.008	0.3165
6	5.010	0.3944

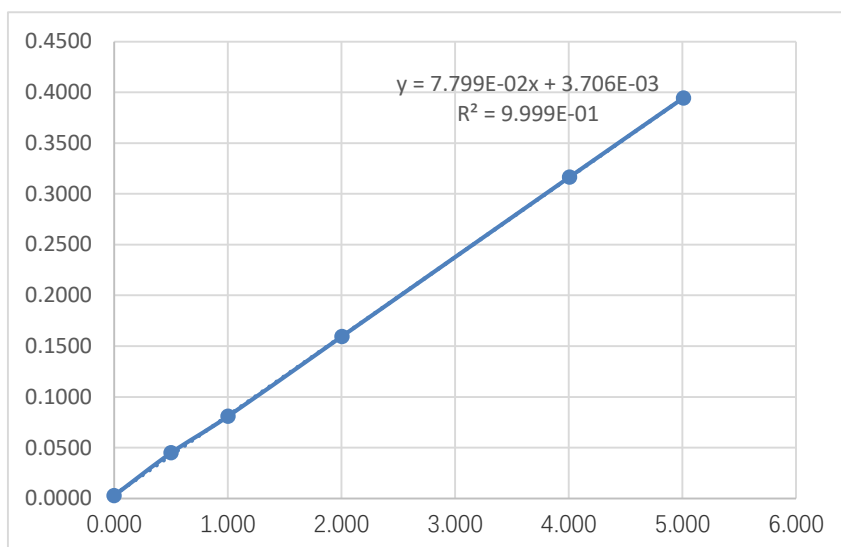


图 3

1.3 样品测定及回收率试验

(1) 工业循环冷却水水样中BTA的测定

以试剂水作为样品,进行了回收率试验。结果见表6。从表6可以看出,BTA回收率在99.55%~104.92%之间,表明该试验条件测定工业循环冷却水水样中BTA的方法可行。

表6

序号	加标浓度 (mg/L)	吸光度	测得浓度 (mg/L)	回收率 (%)
1	0.501	0.0446	0.524	104.66
2	0.501	0.0447	0.526	104.92
3	2.004	0.1594	1.996	99.62
4	2.004	0.1593	1.995	99.55
5	4.008	0.3171	4.018	100.26
6	4.008	0.3170	4.017	100.23
7	2.505	0.1988	2.502	99.86

(2) 复配药剂中BTA的测定-验证试验一

样品制备: 称取 1#天津院药剂(碱性)0.2653g, 2#天津院药剂(酸性)0.2539g 溶解并稀释于 50mL, 此为试样溶液。在 100mL 容量瓶中,取 5mL 试样溶液,加入一定量的 BTA 标液(50.1mg/L),再加入 2mLKOH 溶液(56g/L),用水稀释至刻度。使用分光光度计,用 1cm 吸收池,在 274nm 波长处,以水作参比测定吸光度。结果见表 7。

从表 7 可以看出,BTA 回收率在 96.74%~101.99%之间,表明该试验条件测定复配药剂中 BTA 的方法准确可行。

通过计算得出 1#复配药剂中 BTA 的质量百分比为 1.04% , 2#复配药剂中 BTA 的质量百分比为 1.06%。

试验过程中,还进行了试样溶液 pH 值的测定,结果见表 8。加入氢氧化钾溶液后溶液的酸度均调整至 pH 值 12。

表 7

样品	试液加入量, mL	标液加入量, mL	理论加标量, mg/L	吸光度	测定浓度, mg/L	药剂浓度, mg/L	加标量, mg/L	回收率, %
试剂空白	0.00	0.00	0.000	0.0004	-0.0424			
试剂空白	0.00	0.00	0.000	0.0005	-0.0411			
1#药剂-1	5.00	0.00	0.000	0.2196	2.7631	2.7605		
1#药剂-2	5.00	0.00	0.000	0.2192	2.7580			
1#药剂+标 1	5.00	1.00	0.501	0.2586	3.2632		0.5026	100.33
1#药剂+标 2	5.00	4.00	2.004	0.3788	4.8044		2.0439	101.99
2#药剂-1	5.00	0.00	0.000	0.2135	2.6849	2.6951		
2#药剂-2	5.00	0.00	0.000	0.2151	2.7054			
2#药剂+标 1	5.00	1.00	0.501	0.2521	3.1798		0.4847	96.74
2#药剂+标 2	5.00	4.00	2.004	0.3713	4.7082		2.0131	100.45

表 8

样品	试样溶液的配制	pH 值	加 2mLKOH 溶液后的 pH 值
1#药剂	0.2653g*5mL/50mL/100mL	8.98	12.05
2#药剂	0.2539g*5mL/50mL/100mL	4.28	12.04

(3) 复配药剂中BTA的测定-验证试验二

样品制备: 称取 1#天津院药剂(碱性)1.0014g, 2#天津院药剂(酸性)1.0522g 溶解并稀释于 100mL, 此为试样溶液。在 100mL 容量瓶中, 取 5mL 试样溶液, 加入一定量的 BTA 标液 (107.88mg/L), 再加入 3mLKOH 溶液 (56g/L), 用水稀释至刻度。使用分光光度计, 用 1cm 吸收池, 在 274nm 波长处, 以水作参比测定吸光度。结果见表 9。

表 9

样品号	1	2	3	4
BTA 标液加入量, mL	0	2.50	5.00	7.50
理论加标量, mg/L	0	2.697	5.394	8.091
试样 1#	吸光度	0.399	0.612	0.822
	测定浓度, mg/L	5.20	7.89	10.53
	加标量, mg/L	0	2.69	5.33
	回收率, %	-	99.74	98.81
试样 2#	吸光度	0.423	0.637	0.844
	测定浓度, mg/L	5.51	8.20	10.81
	加标量, mg/L	0	2.69	5.30
	回收率, %	-	99.74	98.26

从表 9 可以看出, BTA 回收率在 97.64%~111.1%之间, 表明该试验条件测定复配药剂中 BTA 的方法准确可行。

通过计算得出 1#复配药剂中 BTA 的质量百分比为 1.04%, 2#复配药剂中 BTA 的质量百分比为 1.05%。

另外测定 3#及 4#复配药剂中 BTA 的含量的试验数据见表 10。3#药剂 1%水溶液的 pH 值为 1.9, 4#药剂 1%水溶液的 pH 值为 12.9。取几次平行测定结果的算术平均值, 得出 3#复配药剂中 BTA 的质量百分比为 0.25%, 4#复配药剂中 BTA 的质量百分比为 42.25%。

表 10

药剂名称	称样量, g	稀释倍数	KOH 溶液加入量, mL	吸光度	质量百分比, %
3#	0.3695	用水稀释至 250mL。	3.00	0.282	0.2524
	0.2957			0.221	0.2504
	0.3320			0.249	0.2496
4#	0.1613	用水稀释至 100mL, 再移取 2mL 稀释至 250mL。	3.00	0.422	42.57
	0.2167			0.563	41.93

1.4 高效液相色谱法试验验证

1.4.1 方法提要

试样用甲醇溶解, 以甲醇-磷酸溶液为流动相, 使用 C18 柱和紫外检测器, 以外标法对复配药剂中的苯并三氮唑进行高效液相色谱分离和测定。

1.4.2 样品处理

称取约1g (精确至0.0001g) 复配药剂于50mL容量瓶中, 加甲醇溶解、定容至刻度、摇匀。用移液管移取1mL至50mL容量瓶中, 用流动相定容至刻度, 摇匀。经0.45 μm微孔滤膜过滤待测。

1.4.3 测定条件

高效液相色谱参考条件如下:

- 色谱柱: C₁₈柱, 250mm×4.6mm (内径), 5 μm;
- 流动相: 甲醇:磷酸溶液=40:60, 经过膜过滤, 并进行脱气;
- 流速: 1.0mL/min;
- 检测波长: 280nm;
- 柱温: 30℃;
- 进样量: 5 μL。

1.4.4 校准曲线的绘制

称取0.0995gBTA标准物质 (该BTA标准物质的纯度为99.5%), 用甲醇溶解并定容至50mL, 摇匀。移取2mL, 再用甲醇稀释至50mL, 摇匀。该BTA标液浓度为79.202mg/L。

用流动相将BTA标液逐级稀释到质量浓度约为2mg/L、4mg/L、8mg/L、10mg/L、20mg/L的系列校准溶液, 供高效液相色谱测定。按色谱测定条件浓度依次由低向高进样测定, 以测定的峰面积为纵坐标, 对应的标准溶液质量浓度为横坐标, 绘制校准曲线, 并计算回归方程。结果见表11, 校准曲线见图4。

表11

BTA 标液体积, mL	BTA 校准溶液浓度, mg/L	峰面积, 1#	峰面积, 2#	平均峰面积
0	0	0	0	0
2.5	1.98	26.7	22.1	24.4
5	3.96	46.2	48	47.1
10	7.92	92.5	94.5	93.5
12.5	9.90	117.2	115.9	116.55
25	19.80	233.5	235.7	234.6

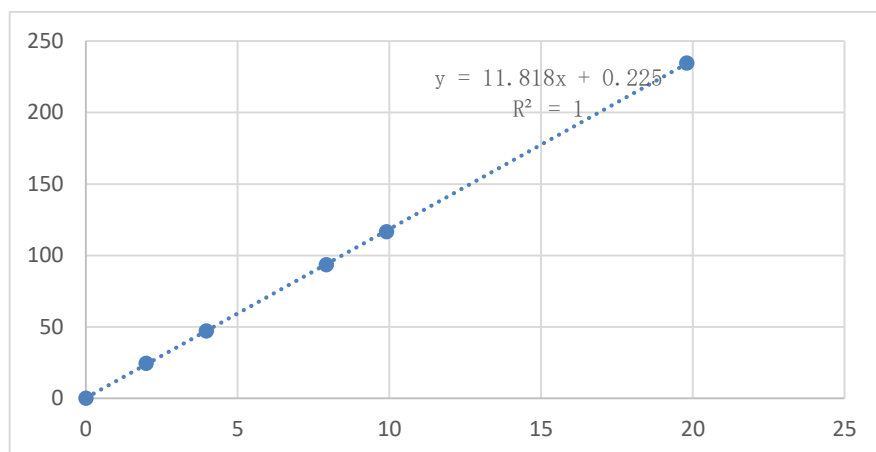


图4

1.4.5 测定

测定复配药剂中的BTA的质量百分比的结果如下：

1#药剂为0.98%；2#药剂为0.99%。

2、预期达到的经济效果

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

本标准无相关国际标准和国外先进标准。

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

本标准遵循相关的法律、法规和强制性国家标准的要求，与我国现行相关法律、法规、规章及相关标准无冲突。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在制定过程中无重大分歧意见。

七、标准性质的建议说明

建议将本标准作为推荐性标准使用。

八、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6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。

九、废止现行有关标准的建议

无。

十、其他应予说明的事项

无。