



中国石油化工集团公司
水处理药剂采购验收标准

SH 2604.04—2003

水处理药剂 聚丙烯酸、聚丙烯酸钠

Water treatment chemicals—Polyacrylic acid /sodium polyacrylate

2003 - 11 - 29 发布

2004 - 01 - 01 实施

中国石油化工集团公司 发布

SH 2604 04—2003

前 言

本标准修改时基本保留原 SH 2604 04—1997 的指标，与国标 GB/T 10533—2000 的主要差异在于：

1. 游离单体根据十一年实际质量评定的结果确定为 $\leq 0.20\%$ ，而生产工艺要求较高。
2. 极限粘数比国标要求严格，并将测定温度由 $20^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 统一改为 $30^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

本标准自实施之日起代替 SH 2604 04—1997 标准。

本标准由中国石油化工股份有限公司提出。

本标准由中国石油化工集团公司水处理药剂评定中心归口并负责起草。

本标准主要起草人：樊大勇、庞如振、金栋、张建枚、于丽华、董丽艳、马焕平。

水处理药剂 聚丙烯酸、聚丙烯酸钠

Water treatment chemicals—Polyacrylic acid /sodium polyacrylate

1 范围

本标准规定了水处理剂聚丙烯酸(PAA)、聚丙烯酸钠(PAAS)的技术要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于中国石油化工集团公司所属企业采购工业循环水处理药剂——聚丙烯酸、聚丙烯酸钠时作质量验收用。

分子式： $[C_3H_4O_2]_n$ 、 $[C_3H_3O_2Na]_m$

相对分子质量： < 5000

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。在标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 191—1990 包装贮运图示标志
- GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6678—1986 化工产品采样总则
- GB/T 10533—1989 水处理剂 聚丙烯酸
- GB/T 10534—1989 水处理剂 聚丙烯酸钠
- GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

3 要求

3.1 外观

无色或淡黄色液体。

3.2 水处理剂：聚丙烯酸、聚丙烯酸钠应符合表1要求。

表 1

指 标 名 称	指 标	
	聚丙烯酸	聚丙烯酸钠
固含量, %	≥ 30.0	30.0
游离单体(以 $CH_2 = CHCOOH$ 计), %	≤ 0.20	0.20
pH(1.0%水溶液)	≤ 3.00	7.00
密度(20℃), g/mL	≥ 1.09	1.15
极限粘度(30℃), dL/g	0.060 ~ 0.085	0.060 ~ 0.085

SH 2604 04—2003

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 GB/T 6682 规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

4.1 固体含量的测定

4.1.1 方法提要

在一定温度下,将一定量的试样在烘箱中烘干,直至恒重,从而测定固体含量。

4.1.2 仪器和设备

一般实验室用仪器和

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

4.1.3 分析步骤

称量约 0.5g 试样(精确到 0.0002g),置于已恒重的称量瓶中,小心摇动使试样自然流动,于瓶底形成一层均匀的薄膜。然后放于电热干燥箱中,从室温开始加热,于 $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥 4h,取出放入干燥器中冷却至室温,然后称量,直至恒重。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的聚丙烯酸或聚丙烯酸钠的固体含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中:

m_2 ——干燥后的试样与称量瓶质量, g;

m_1 ——称量瓶质量, g;

m ——聚丙烯酸或聚丙烯酸钠试样的质量, g。

4.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果之差不大于 0.3%。

4.2 游离单体含量的测定

4.2.1 方法提要

在酸性条件下,试样中游离丙烯酸的双键与溴起加成反应,过量的溴与碘化钾作用析出单质碘,以淀粉作指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液在中性或弱酸性介质条件下滴定析出的碘。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 盐酸(GB 622): 1+1 溶液。

4.2.2.2 碘化钾(GB 1272): 100g/L 溶液。

4.2.2.3 溴酸钾(GB 650)。

4.2.2.4 溴化钾(GB 649)。

4.2.2.5 溴: $c(1/2\text{Br}_3^-)$ 约为 0.1mol/L 标准溶液。

4.2.2.6 可溶性淀粉(HGB 3095): 5g/L 溶液。

4.2.2.7 硫代硫酸钠(GB 637): $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约为 0.1mol/L 标准溶液。

4.2.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和

4.2.3.1 棕色滴定管(酸式): 50mL。

4.2.3.2 滴瓶: 10 ~ 30mL。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 试样的测定

称取约 4g 试样(精确到 0.0001g), 置于预先加入 20mL 水的 500mL 碘量瓶中, 加入 20.00mL 溴标准溶液、5mL 盐酸溶液, 摇匀, 置暗处 30min, 取出, 加入 15mL 碘化钾溶液, 摇匀, 置暗处 5min, 取出, 加入 150mL 水, 立即以硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色时, 加入约 3mL 淀粉指示剂, 继续滴定至蓝色消失即为终点。

4.2.4.2 空白试验

于 500mL 碘量瓶中, 加入 20mL 水, 以下完全按照 4.2.4.1 试样的测定, 从“加入 20.00mL 溴标准溶液……”开始进行操作。

4.2.5 分析结果的表述

以质量分数表示的游离酸(以 $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH}$ 计)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(V_0 - V) \cdot c \times 0.03603}{m} \times 100 = \frac{(V_0 - V) \cdot c \times 3.603}{m} \quad (2)$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

V ——滴定试样时所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L;

m ——试样的质量, g;

0.03603——1.00ml 硫代硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当于丙烯酸的质量, g。

4.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果绝对差值不大于 0.10%。

4.3 pH 值的测定

4.3.1 仪器和设备

一般实验室用仪器和

4.3.1.1 酸度计: 相对 pH 精度 $\pm 0.02\text{pH}$ 。

4.3.1.2 磁力搅拌器。

4.3.1.3 玻璃电极。

4.3.1.4 甘汞电极。

4.3.1.5 标准缓冲溶液: $\text{pH} \approx 4.0$ 。

4.3.2 分析步骤

4.3.2.1 试液的制备

用减量法称取 1.0g 试样(精确到 0.01g), 置于 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.3.2.2 测定

将试液倒入清洁、干燥的 100mL 烧杯中, 置于磁力搅拌器上, 将甘汞电极和玻璃电极浸入被测试液中, 放入磁力搅拌棒, 在已经 pH 标准缓冲溶液定位的酸度计上搅拌, 读出测定值。

4.3.3 分析结果的表述

以单点定位或两点定位时, pH 读数值就是试样(1.0%水溶液)的测定 pH 值。

4.3.4 允许差

取其算术平均值为测定结果, 平行测定结果绝对差值不大于 0.05pH。

4.4 密度的测定

4.4.1 方法提要

由密度计在被测液体中达到平衡状态时所浸没的深度读出该液体的密度。

SH 2604.04—2003

4.4.2 仪器和设备

一般实验室用仪器和

- 4.4.2.1 密度计：分度值为 $0.001\text{g}/\text{cm}^3$ 。
 4.4.2.2 恒温水浴：温度控制在 $20.0^\circ\text{C} \pm 0.1^\circ\text{C}$ 。
 4.4.2.3 温度计： $0 \sim 50^\circ\text{C}$ ，分度值为 0.1°C 。
 4.4.2.4 玻璃量筒：250mL。

4.4.3 分析步骤

将试样注入清洁、干燥的玻璃量筒内，注意：不得有气泡，然后置于 $20.0^\circ\text{C} \pm 0.1^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中，待温度恒定后，将清洁、干燥的密度计缓慢垂直地放入试样中，其下端应离筒底 2 cm 以上，不能与筒壁接触，密度计的上端露在液面外的部分所沾液体不得超过 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（标有读弯月面上缘刻度的密度计除外），即为 20°C 试样的密度。

4.5 极限粘数的测定

4.5.1 方法提要

先将聚丙烯酸转化为聚丙烯酸钠，然后在 $101\text{g}/\text{L}$ 的硫氰酸钠溶液中制成稀溶液，用乌氏粘度计测定其极限粘度数。

4.5.2 试剂和溶液

- 4.5.2.1 氢氧化钠(GB 629)： $80\text{g}/\text{L}$ 溶液；
 4.5.2.2 硫氰酸钠(GB 1268)： $101\text{g}/\text{L}$ 溶液；
 4.5.2.3 酸度计：相对 pH 精度精密 $\pm 0.02\text{pH}$ 。

4.5.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和

- 4.5.3.1 乌氏粘度计(见附图)：毛细管内径 $0.46\text{mm} (\pm 2\%)$ 。 $30.0^\circ\text{C} \pm 0.1^\circ\text{C}$ 时，蒸馏水流过计时标线 E、F 的时间为 170~220s。
 4.5.3.2 恒温水浴。
 4.5.3.3 精密温度计：测量范围 $0 \sim 50^\circ\text{C}$ ，最小分度 0.1°C 。
 4.5.3.4 秒表：最小分度 0.1s 。
 4.5.3.5 培养皿： $\phi 85\text{mm}$ 。
 4.5.3.6 耐酸滤过漏斗：G2，40mL。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 硫氰酸钠溶液流出时间的测定

将洁净、干燥的乌氏粘度计垂直置于 $30.0^\circ\text{C} \pm 0.1^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中经 G3 耐酸滤过漏斗加入硫氰酸钠溶液至粘度计充装标线 G、H 之间为止，恒温 10~15min。用洗耳球将硫氰酸钠溶液吸入 C 球标线 E 以上，用秒表读出硫氰酸钠溶液流过计时标线 E、F 的时间，连续测定三次，误差不超过 0.2s ，取其平均值 $t_0(\text{s})$ 。

4.5.4.2 试液的制备

称取 3~4g 试样于培养皿中，用氢氧化钠溶液仔细调节试样溶液的 pH 值至 9.0，用酸度计检查，然后放入烘箱内，从室温开始升温至 $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 时，再烘烤 4h，取出置于干燥器内冷却至室温，即制成干燥试样。称取 $0.6 \sim 0.8\text{g}$ 干燥试样(精确到 0.0002g)于 50mL 烧杯中，用约 20mL 硫酸氰钠溶液溶解后，定量转移至 100mL 容量瓶中，以硫酸氰钠溶液稀释至刻度，摇匀，即制成待测试液。

4.5.4.3 试液的测定

将此待测试液经 G3 耐酸滤过漏斗加入洁净、干燥的乌氏粘度计中，至粘度计充装标线 G、H 之

间为止，恒温 10~15min，按照 4.5.4.1 条的规定，测定试液的流出时间，连续测定三次，误差不超过 0.2s。取其平均值 t (s)。

4.5.5 分析结果的表述

以 dL/g 表示的聚丙烯酸(转化为聚丙烯酸钠)的极限粘数按式(5)计算：

$$\eta = \frac{\sqrt{2(\eta_{sp} - \ln \eta_r)}}{C} = \frac{\sqrt{2\left[\left(\frac{t}{t_0} - 1\right) - \ln \frac{t}{t_0}\right]}}{c} \quad (5)$$

式中：

η_{sp} ——增比粘度， $\eta_{sp} = (t - t_0)/t_0$ ；

η ——相对粘度， $\eta_r = t/t_0$ ；

c ——试液的浓度，g/dL；

t_0 ——硫氰酸钠溶液流过粘度计计时标线 E、F 的时间，s；

t ——试液流过粘度计计时标线 E、F 的时间，s。

4.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.004dL/g。

5 标志、包装、运输和贮存

5.1 水处理剂聚丙烯酸、聚丙烯酸钠的包装桶上应涂刷牢固的标志，内容包括：生产厂名称、产品标准名称、商标、批号或生产日期、净重、厂址及 GB/T 191 规定的“向上”标志。

5.2 每批出厂的水处理剂聚丙烯酸、聚丙烯酸钠应附有质量合格证，内容包括：生产厂名称、产品标准名称、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

5.3 水处理剂聚丙烯酸、聚丙烯酸钠采用聚乙烯塑料桶包装，每桶净重 25kg；或采用铁塑桶包装，每桶净重 200kg。

5.4 运输时防止暴晒，贮存在通风干燥的库房里。

5.5 水处理剂聚丙烯酸、聚丙烯酸钠的贮存期为十个月。