

GB/T 10535—1997

前 言

本标准是对 GB/T 10535—89 的修订。与前版相比,修改的主要内容有:

1. 固体含量及密度指标由控制范围改为控制下限。
2. 根据近年来的生产实际情况,对溴值指标做了较大的调整。
3. 固体含量的测定方法改为真空干燥法。

本标准从生效之日起,同时代替 GB/T 10535—89。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部天津化工研究院归口。

本标准起草单位:南京化工学院武进水质稳定剂厂、武进恒源化工厂、常州江海化工厂、武进广益化学材料厂、化工部天津化工研究院。

本标准主要起草人:常春华、刘峰、吴国庆、杨乃光、周伟生。

本标准于 1989 年首次发布。

中华人民共和国国家标准

水处理剂 水解聚马来酸酐

GB/T 10535—1997

Water treatment chemicals—
Hydrolyzed polymaleic anhydride

代替 GB/T 10535—89

1 范围

本标准规定了水处理剂水解聚马来酸酐的技术要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输和贮存。该产品主要用作工业水处理中的阻垢分散剂。

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为本标准的条文。本标准出版时,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 191—90 包装贮运图示标志

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—89 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法

3 要求

3.1 外观:浅黄色至深棕色透明液体。

3.2 水解聚马来酸酐应符合表 1 要求。

表 1

指标项目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
固体含量,% \geq	48.0	48.0	48.0
平均分子量 \geq	700	450	300
溴值,mg/g \leq	80	160	—
pH 值(1%水溶液)	2.0~3.0		
密度,g/cm ³ (20℃) \geq	1.18		

4 采样

4.1 按 GB/T 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。

国家技术监督局 1997-06-24 批准

1998-01-01 实施

4.2 采样时先充分搅匀。用玻璃管或聚乙烯塑料管插入桶深的三分之二处采样。总量不少于 1 000 mL,充分搅匀,分装入两个清洁、干燥、带磨口塞的瓶中,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。

4.3 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,整批产品不能验收。

5 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、制剂及制品,在没有注明其他规定时均按 GB/T 601、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标准。

本标准规定的固体含量、平均分子量、溴值、pH、密度等五项指标项目为型式检验项目。在正常生产情况下,六个月至少进行一次型式检验。其中固体含量、溴值、pH、密度等四项指标项目为出厂检验项目,应按批检验。

5.1 固体含量的测定

5.1.1 方法提要

使用真空干燥箱,减压下干燥试样,根据干燥前后的试样质量测得固体含量。

5.1.2 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.1.2.1 真空干燥箱:温度可控制在 $74 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

5.1.2.2 称量瓶: $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

5.1.3 分析步骤

使用预先于 $74 \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥恒重的称量瓶称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于真空干燥箱中,从室温开始升温并抽真空。在温度 $74 \pm 2^\circ\text{C}$ 、表压约 -0.095 MPa 下干燥 4 h。取出后置于干燥器中冷却至室温,称量。保留所得干燥试样(试样 A),供测定平均分子量用。

5.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的固体含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——干燥后试料与称量瓶质量, g;

m_0 ——称量瓶质量, g;

m ——试料质量, g。

5.1.5 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 0.5%。

5.2 平均分子量的测定

5.2.1 方法提要

在一恒温、密闭的容器中,充有丙酮的饱和蒸气,这时分别置一滴水解聚马来酸酐的丙酮溶液和一滴纯丙酮悬在饱和蒸气中。丙酮在溶液中的饱和蒸气压低于纯丙酮的饱和蒸气压,于是就会有丙酮分子从饱和蒸气相凝聚在溶液滴表面上,并放出凝聚热,使得溶液滴的温度升高,产生温差。检测,放大后,由检流计示出,计算求得水解聚马来酸酐的平均分子量。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 丙酮。

5.2.2.2 联苯甲酰。

5.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

5.2.3.1 气相渗透仪。

5.2.3.2 秒表,分度值 0.1 s。

5.2.3.3 针筒,1 mL。

5.2.3.4 具塞瓶:50 mL。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 试液的制备

称取约 0.05 g 试样 A,精确到 0.000 2 g,置于 50 mL 具塞瓶中。称取约 20 g 丙酮,精确至 0.000 2 g,加入瓶中,溶解,得浓度为 $c(\text{g/kg})$ 的溶液 B。

取 4 mL 溶液 B,加 2 mL 丙酮,得浓度为 $2/3 c$ 的溶液。

取 2 mL 溶液 B,加 2 mL 丙酮,得浓度为 $1/2 c$ 的溶液。

取 2 mL 溶液 B,加 4 mL 丙酮,得浓度为 $1/3 c$ 的溶液。

5.2.4.2 仪器准备和调试

将仪器气化室打开,换好滤纸,充上约 30 mL 丙酮。 R_s 调整为 5 008,温度选择开关拨向 35℃。开启仪器升温。待检流计读数不变,仪器即达到稳定。

5.2.4.3 空白值的测定

将丙酮吸入两只针筒内,分别插在两支滴样孔上。把检流计工作键“G”拨向滴样位置。第一次从滴样孔各注入 0~0.15 mL 丙酮。开动秒表,2 min 后把检流计拨向工作位置,稳定 2 min,读数。然后把检流计拨向滴样位置。第二次从滴样孔各注入 0.01~0.02 mL 丙酮。开动秒表,2 min 后把检流计拨向工作位置,稳定 2 min,读数。按照第二次滴样方法重复 3~4 次,每次读数的差值不超过 1。取其平均值即为丙酮的空白值(G_0)。

5.2.4.4 试液的测定

将右侧一只针筒取下,换上浓度为 $1/3c$ 的溶液,插在右侧的滴样孔上。把检流计拨向滴样位置,第一次滴样从左侧注入 0.01~0.02 mL 丙酮,从右侧注入 0.15 mL 溶液,开动秒表,2 min 后把检流计拨向工作位置,稳定 2 min,读数。然后把检流计拨向滴样位置。第二次从左侧滴样孔注入 0.01~0.02 mL 丙酮,右侧滴样孔注入 0.01~0.02 mL 溶液。开动秒表,2 min 后把检流计拨向工作位置,稳定 2 min,读数。按照第二次滴样方法重复 3~4 次,每次读数的差值不超过 1。取其平均值为 $1/3c$ 溶液的 G_i 。

浓度为 $1/2c, 2/3c, c$ 的溶液依次按上述步骤测定。

5.2.4.5 标定仪器常数 K

按上述测定步骤,用联苯甲酰代替试样,用相同溶剂,在相同条件下,测定仪器常数 K 值。

5.2.5 分析结果的表述

在不同浓度下的水解聚马来酸酐气相渗透压(ρ)以 $\Delta G_i/c_i$ 表示,按式(2)计算:

$$\rho = \frac{G_i - G_0}{c_i} = \frac{\Delta G_i}{c_i} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: G_i ——滴入浓度为 c_i 溶液时检流计读数;

G_0 ——滴入丙酮时检流计读数;

c_i ——试液的浓度, g/kg。

以 $\Delta G_i/c_i$ 对 c_i 作图,得一直线,并外推至 $G_i \rightarrow 0$,求得 $(\Delta G_i/c_i)_0$ 。

水解聚马来酸酐的分子量(X_2)按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{K}{(\Delta G_i/c_i)_0} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: K ——仪器常数。

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值不大于 20。

5.3 溴值的测定

5.3.1 方法提要

在酸性溶液中,溴与试样中未聚合的单体发生加成反应,与引发剂的分解产物发生取代反应。加入碘化钾溶液与过量的溴作用并析出碘。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的碘。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 硫酸:1+9 溶液。

5.3.2.2 氯化钠:116 g/L 溶液。

5.3.2.3 碘化钾:100 g/L 溶液。

5.3.2.4 溴酸钾-溴化钾溶液:称取 5.5 g 溴酸钾及 20.0 g 溴化钾溶于水中,用水稀释至 1 000 mL。保存在棕色瓶中。

5.3.2.5 硫酸汞:称取 15 g 硫酸汞溶于 14 mL 浓硫酸和 475 mL 水中。

5.3.2.6 硫代硫酸钠: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L 标准滴定溶液。

5.3.2.7 可溶性淀粉:10 g/L 溶液。

5.3.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,全部转移到 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取 25.00 mL 置于 250 mL 碘量瓶中。用移液管加入 10.00 mL 溴酸钾-溴化钾溶液,加 20 mL 硫酸溶液,充分混匀。5 min 后加入 5 mL 硫酸汞溶液,摇匀,于暗处放置 30 min(温度控制 0~20℃)。加入 15 mL 氯化钠溶液和 10 mL 碘化钾溶液,摇匀,在暗处放置 5 min。加入 20 mL 水,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色,加入 1 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。

5.3.4 分析结果的表述

以 mg/g(每克试样所消耗溴的毫克数)表示的溴值(X_3)按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{c \cdot (V_0 - V) \times 0.0799 \times 1000}{m} = \frac{79.9c \cdot (V_0 - V)}{m} \dots\dots\dots(4)$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V ——滴定中消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料质量, g;

0.0799——与 1.00 mL 硫代硫酸钠溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000$ mol/L] 相当的以克表示的溴的质量。

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 5 mg/g。

5.4 pH 的测定

5.4.1 仪器、设备

5.4.1.1 酸度计:精度 0.02 pH 单位,酸有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

5.4.2 分析步骤

称取 1.00±0.01 g 试样,全部转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

将试液倒入烧杯中,置于电磁搅拌器上,将电极浸入溶液中,开动搅拌。在已定位的酸度计上读出 pH 值。

5.5 密度的测定

5.5.1 仪器、设备

- 5.5.1.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm^3 。
- 5.5.1.2 恒温水浴:温度可控制在 $20\pm 0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 5.5.1.3 玻璃量筒:500 mL。
- 5.5.1.4 温度计:分度值为 $0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 5.5.2 分析步骤

将试样注入清洁、干燥的量筒内,不得有气泡,将量筒置于 $20\text{ }^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中。待温度恒定后,将清洁、干燥的密度计缓缓地放入试样中,其下端应离筒底 2 cm 以上,不得与筒壁接触。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 $20\text{ }^\circ\text{C}$ 时试样的密度。

6 标志、包装、运输、贮存

- 6.1 水处理剂水解聚马来酸酐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、等级、商标、批号或生产日期、净重、厂址及 GB 191—90 规定的标志 3“向上”。
 - 6.2 每批出厂的水处理剂水解聚马来酸酐应附有质量合格证,内容包括:生产厂名、产品名称、等级、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。
 - 6.3 水处理剂水解聚马来酸酐采用聚乙烯塑料桶包装,每桶净重 25 kg;或采用铁塑桶包装,每桶净重 200 kg。
 - 6.4 运输时防止曝晒,贮存在通风干燥的库房里。
 - 6.5 水处理剂水解聚马来酸酐的贮存期为十个月。
-