

HG

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准代替HG/T 3642—1999《水处理剂 丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物》。与HG/T 3642—1999相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 规范性引用文件中增加了“GB 190 危险货物包装标志”（见2）；
- 要求中增加了铁的质量分数（见4.2表1）；
- 要求中增加了磷酸钙阻垢性能的指标（见4.2表1）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

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/TC38/SC2）归口。

水处理剂

丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物

警告——丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物属于 GB 6944—2012 规定的第 8 类腐蚀性物质，本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性，操作时应避免吸入或接触皮肤。如溅到应立即用大量水冲洗，严重时应立即就医。

1 范围

本标准规定了丙烯酸-2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸类共聚物的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、安全、标签、运输标志。

112 21

2

3

4

5

6

7 储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 6944—2012 危险货物

8

表 1

项 目	指 标
固体含量的质量分数 $w_1/\%$	≥ 30.0
游离单体(以 $\text{CH}_2\text{—CH—COOH}$ 计)含量的质量分数 $w_2/\%$	≤ 0.20
pH 值(10 g/L 水溶液)	≤ 2.5
密度(20℃)/(g/cm ³)	≥ 1.05
极限黏数(30℃)/(dL/g)	0.055~0.100
铁含量的质量分数 $w_3/(\mu\text{g/g})$	≤ 5.0
磷酸钙阻垢率/%	≥ 88

5 试验方法

5.1 通则

本标准所用试剂和水,除非另有规定,应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.2 鉴别

5.2.1 方法提要

采用核磁共振仪对试样进行碳谱分析(¹³C NMR),以二氧六环作溶剂(外标,δ₀=81.2)。

¹³C 谱图中存在如下特征化学位移,可认定 2-甲基-2-丙烯酰胺基丙磺酸的存在:

—约 27,甲基;

—53~55 与磺酸基相连的亚甲基;

—约 60 与酰胺基相连的季碳

5.2.2 测定步骤

将试样置于核磁共振测定专用样品管中,再加入封有重水的毛细管供锁场用。在宽带去偶、脉冲间隔为 3s 的条件下进行定性测定。产品的核磁共振谱图参见附录 A 中图 A.1。

5.3 固体含量的测定

5.3.1 方法提要

在一定温度下,将试样置于电热干燥箱内烘干至恒量。

5.3.2 仪器和设备

5.3.2.1 称量瓶: $d 60\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

5.3.2.2 电热干燥箱:温度可控制在 $120\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.3.3 分析步骤

用预先于 $120\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒量的称量瓶,称取试样 m_1 精确至 0.0002 g ,小心抖动使试样自然流布,于瓶底形成一层均匀的薄膜,然后放入电热干燥箱中,从室温开始加热,于 $120\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$

干燥至恒量（约需干燥 4 h）。

5.3.4 结果计算

固体含量以质量分数 w_1 计，数值以 % 表示，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_2 ——干燥后的试样与称量瓶的质量的数值，单位为克 (g)；

m_1 ——称量瓶的质量的数值，单位为克 (g)；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (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，平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

5.4 游离单体含量的测定

5.4.1 方法提要

在酸性条件下，试样中游离单体的双键与溴发生加成反应。过量的溴与碘化钾作用析出碘，以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液在中性或弱酸性条件下滴定析出的碘。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 盐酸溶液：1+1。

5.4.2.2 碘化钾溶液：100 g/L。

5.4.2.3 溴标准溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{Br}_2\right) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

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

5.4.2.5 淀粉指示液：10 g/L。

5.4.3 分析步骤

用减量法称取约 4 g 试样，精确至 0.2 mg。置于预先加入 20 mL 水的 500 mL 碘量瓶中，加入 20.00 mL 溴标准溶液、5 mL 盐酸溶液，立即盖好瓶塞，加水封口，摇匀，放于暗处，反应 30 min。取出，加入 15 mL 碘化钾溶液，加水封口，摇匀，放于暗处 5 min。取出，立即加入 150 mL 水；用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色，加入 2 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。

5.4.4 结果计算

游离单体（以 $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH}$ 计）含量以质量分数 w_2 计，数值以 % 表示，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{(V_0 - V)c(M/2) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；

M ——丙烯酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH})=72.06$]。

5.4.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于0.03%。

5.5 pH值的测定

5.5.1 仪器和设备

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

5.5.2 分析步骤

称取 $1.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于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。

5.6 密度的测定

5.6.1 方法提要

由密度计浸没在试样中达到平衡状态时所浸没的深度读出该试样的密度。

5.6.2 仪器和设备

5.6.2.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm^3 。

5.6.2.2 玻璃量筒:250 mL。

5.6.2.3 恒温水浴:温度控制在 $20\text{ }^\circ\text{C}\pm 0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.6.3 分析步骤

将待测试样注入清洁、干燥的量筒内,不得有气泡。将量筒置于 $20\text{ }^\circ\text{C}\pm 0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中。待试样温度恒定后,将清洁、干燥的密度计缓缓放入试样中,其下端距筒底2 cm以上,不得与筒壁接触。密度计的上端露出液面外的部分所沾液体不得超出2分度~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。

5.7 极限黏数的测定

5.7.1 方法提要

试样溶于硫氰酸钠溶液中,用乌氏黏度计测定极限黏数。

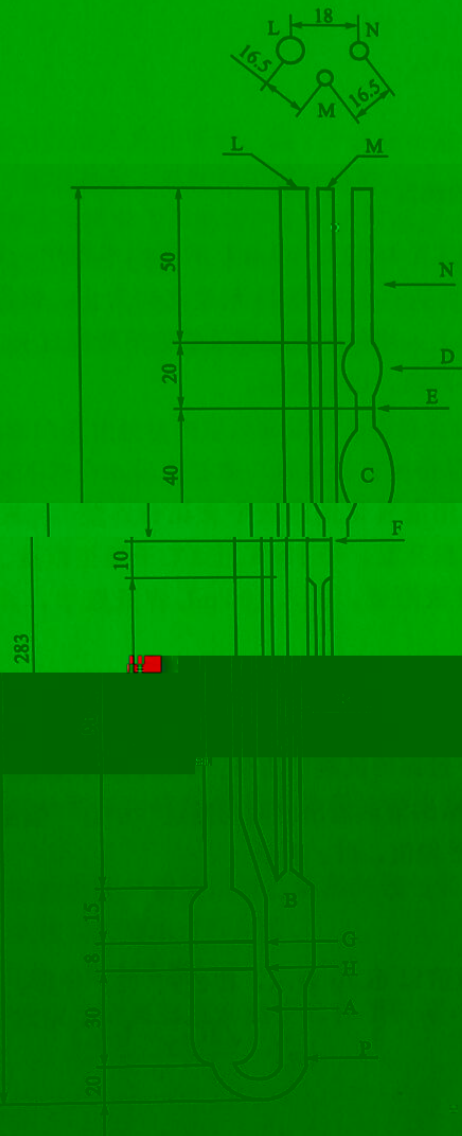
5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 氢氧化钠溶液:80 g/L。

5.7.2.2 硫氰酸钠溶液:101 g/L。

5.7.3 仪器和设备

5.7.3.1 乌氏黏度计(见图1);毛细管内径 $0.50\text{ mm}(\pm 2\%)$, $30\text{ }^\circ\text{C}\pm 0.3\text{ }^\circ\text{C}$ 时蒸馏水流过计时标线E、F的时间为100 s以上。



说明:

- A——聚四氟乙烯球，外径26mm；
- B——密封水玻璃；
- C——中球，容积3.0mL，Cl₂刻度；
- D——上部乙炔；
- E——下部乙炔；

5.7.3.5 培养皿： d 85 mm。

5.7.3.6 玻璃烧结漏斗： G_3 ，40 mL。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 硫氰酸钠溶液流出时间的测定

将洁净、干燥的乌氏黏度计垂直置于 $30\text{ }^\circ\text{C} \pm 0.3\text{ }^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中，加入经 G_3 玻璃烧结漏斗过滤的硫氰酸钠溶液至黏度计内，待液面达 G 刻度和 H 刻度之间时，恒温 $10\text{ min} \sim 15\text{ min}$ 。用洗耳球将硫氰酸钠溶液吸入 C 球标线 E 以上，用秒表测定硫氰酸钠溶液流过 E、F 两刻度间的时间。连续测定 3 次，误差不超过 0.2 s 。取其平均值，以 t_0 表示。

5.7.4.2 试液的制备

称取 5 g 试样于培养皿中，用氢氧化钠溶液中和试样，使其 pH 值为 9，可用精密 pH 试纸指示。放入电热干燥箱中，从室温升温，于 $120\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒量。称取 $0.9\text{ g} \sim 1.0\text{ g}$ 干燥的试样，

称准至 0.0002 g ，用硫氰酸钠溶液溶解，移入 100 ml 容量瓶中，并用硫氰酸钠溶液定容。

6 检验规则

6.1 本标准规定的全部指标项目为型式检验项目，每3个月至少进行一次型式检验，其中固体含量、游离单体含量、pH值、密度、极限黏数、铁含量应逐批检验。

6.2 丙烯酸-2-甲基-2-丙稀酰胺基丙磺酸类共聚物产品每批不超过30t。

6.3 按GB/T 6678的规定确定采样单元数。采样时先充分搅匀，用玻璃管或聚乙烯塑料管插入桶深的2/3处采样，总量不少于1000 mL。充分混匀，分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封。瓶上贴标签，注明生产厂家、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3个月备查。

6.4 采用GB 6678中规定的修约前比较法判定检验结果是否符合要求。

本处理剂为丙烯酸-2-甲基-2-丙稀酰胺基丙磺酸类共聚物，具有刺激性、腐蚀性、易燃性、氧化性和刺激性，

操作人员在作业时宜戴防护手套、眼镜，避免与皮肤直接接触。

附录 A
(资料性附录)
核磁共振谱图

179.8561
179.5180
178.9149
178.2138
178.0028
176.1835

67.4064
58.8860
58.4102
53.5699
53.3420
52.8316
43.3995
42.4355
39.6886
38.4004
35.0855
32.1352
31.8903
30.9986
29.0151
27.3385
27.1582
26.6914
26.1538

