

ICS 71.040.40
G 76



中华人民共和国国家标准

GB/T 22626—2008

水处理剂阻垢性能的测定 磷酸钙沉积法

Determination of scale inhibition performance of water treatment agents—
Calcium phosphate precipitation method

2008-12-23 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准负责起草单位:中海油天津化工研究设计院、天津正达科技有限责任公司。

本标准主要起草人:靳晓霞、孙继、王会、白莹、李琳。

水处理剂阻垢性能的测定 磷酸钙沉积法

1 范围

本标准规定了同类水处理剂抑制磷酸钙析出的阻垢性能的测定方法磷酸钙沉积法。
本标准适用于同类水处理剂抑制磷酸钙析出的阻垢性能的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

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 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 6904 工业循环冷却水及锅炉用水中 pH 值的测定

GB/T 6913 锅炉用水和冷却水分析方法 磷酸盐的测定(GB/T 6913—2008, ISO 6878:2004, NEQ)

3 方法提要

以含有一定量磷酸根和钙离子的配置水和水处理剂制备成试液，在加热条件下，促使磷酸根和钙离子形成磷酸钙。分析测定达到平衡后澄清液中的 PO_4^{3-} 浓度，以评定阻垢剂的阻垢性能，磷酸根离子浓度愈大，则该水处理剂的磷酸钙阻垢性能愈好。

4 试剂和材料

试验方法中所用试剂和水，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 的规定制备。

4.1 十水四硼酸钠。

4.2 磷酸根标准储备液：1 mL 约含 5 mg PO_4^{3-} 。

4.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})$ 约 0.01 mol。

4.4 氯化钙标准储备液：1 mL 约含有 20 mg Ca^{2+} 。

4.4.1 制备

称取 57.81 g 无水氯化钙，精确至 0.01 g，用水溶解，全部转移至 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，过滤后待标。

4.4.2 标定

取 4.8.1 氯化钙标准储备液 10.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

移取 25.00 mL 稀释溶液置于 250 mL 锥形瓶中，加约 50 mL 水、5 mL 氢氧化钾溶液和约 0.1 g 钙-羧酸指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为亮蓝色即为终点。

4.4.3 结果计算

钙离子(Ca^{2+})以质量浓度 ρ (Ca^{2+}) 计,数值以 mg/mL 表示,按式(1)计算:

$$\rho(\text{Ca}^{2+}) = \frac{V_2/1\,000 \times cM \times 10^3}{V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_2 ——滴定中消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——所取氯化钙稀释溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——钙离子(Ca^{2+})的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=40.08$)。

4.5 钙-羧酸指示剂:

称取 0.2 g 钙-羧酸指示剂[2-羧基-1(2-羧基-4-磺基-1-萘偶氮)-3-萘甲酸]与 100 g 氯化钾混合研磨均匀,贮存于磨口瓶中。

4.6 水处理剂试样溶液:1.00 mL 含有 1.00 mg 水处理剂(以干基计)。

5 仪器、设备

5.1 恒温水浴:温度可控制在(80±1)℃。

5.2 锥形瓶:500 mL,配有装了 ϕ 为 5 mm~10 mm,长约 300 mm 玻璃管的胶塞。

5.3 分光光度计。

6 试验用水

6.1 配制水

6.1.1 称取 1 g 研细的四硼酸钠粉剂于 100 mL 烧杯中,加入约 50 mL 去离子水,加热溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,再加入约 900 mL 去离子水。

6.1.2 准确加入 1 mL 磷酸盐贮备液于上述容量瓶中,用去离子水补至刻度,充分摇荡均匀。该液含 PO_4^{3-} 5 mg/L,pH 值 9.0 左右。

6.1.3 取 500 mL 容量瓶,用 6.1.2 试液润洗后,加入试验所需阻垢剂及 6.1.2 试液 400 mL,再用移液管缓慢加入一定体积的氯化钙标准溶液(边加边摇动),使钙离子的浓度为 100 mg/L,补加 6.1.2 试液至容量瓶刻度线,充分摇荡均匀。

6.1.4 另取一 500 mL 容量瓶,除不加水处理剂试样溶液外,其余操作步骤同 6.1.3,该溶液作为空白试液。

6.2 现场水

当为现场筛选配方时,可用现场水作为试验用水。现场水可直接取生产补充水,也可配制成生产补充水,还可以根据需要往生产补充水或配制的生产补充水中补加钙离子等至浓缩倍数要求的指标。若采用碳酸钙沉积试验法中蒸发浓缩的试验步骤,则必须先加磷酸钙阻垢剂,后加 PO_4^{3-} 。为防止试验中由于碳酸钙的沉积而加速磷酸钙沉积的相互干扰作用,在加磷酸钙阻垢剂的同时还需要加碳酸钙阻垢剂等复合药剂。

7 试验步骤

将试液(6.1.3)和空白试液(6.1.4)分别置于两个洁净的锥形瓶(5.2)中,两锥形瓶浸入恒温水浴中(试液的液面不得高于水浴的液面),当水浴温度升至(80±1)℃时,开始计时,恒温静置 10 h。

试验满 10 h 后,趁热用中速定性滤纸过滤。滤液快速冷却至室温后,分别按 GB/T 6913 和 GB/T 6904 测定 PO_4^{3-} 浓度和 pH 值。

8 结果计算

磷酸钙阻垢性能以 η 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$\eta = \frac{\rho_4 - \rho_3}{\rho_0 - \rho_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_4 ——加入水处理剂的试液(6.1.3)试验后的 PO_4^{3-} 浓度的实际的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_3 ——不加水处理剂的试液(6.1.4)试验后的 PO_4^{3-} 浓度的实际的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——试验前的试液(6.1.2)实测 PO_4^{3-} 浓度的实际的数值,单位为毫克每升(mg/L)。

9 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5%。
