

水处理药剂阻垢性能测定方法
鼓 泡 法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用鼓泡法测定水处理药剂抑制碳酸钙垢析出的阻垢性能的实验室方法。
本标准在原理上也适用于测定水处理药剂抑制碳酸锶或碳酸钡垢析出的阻垢性能。

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

3 方法提要

冷却水中的结垢,通常是由于水中的碳酸氢钙在受热和曝气条件下分解,生成难溶的碳酸钙垢而引起的。其反应式可以表示为:



本方法以含有 $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ 的配制水和水处理药剂制备成试液(模拟冷却水)。为了模拟冷却水在换热器中受热和在冷却塔中曝气两个过程,本方法在升高了的温度下,向试液中鼓入一定流量的空气,以带走其中的二氧化碳,使反应式(1)的平衡向右侧移动,促使碳酸氢钙加速分解为碳酸钙,试液迅速达到其自然平衡 pH。然后测定试液中钙离子的稳定浓度。钙离子的稳定浓度愈大,则该水处理药剂的阻垢性能愈好。

4 试剂和材料

试验方法中,除特殊规定外,只应使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

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 601、GB 602、GB 603 之规定制备。

- 4.1 氢氧化钾(GB 2306):200g/L 溶液。
4.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB 1401): $c(\text{EDTA})=0.01\text{mol/L}$ 标准溶液。
4.3 盐酸(GB 622): $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 标准溶液。
4.4 钙黄绿素-酚酞混合指示剂:称取 0.20g 钙黄绿素,0.070g 酚酞(GB 10729),置于玻璃研钵中,加入 20g 经 120℃ 烘干后的氯化钾(GB 646)研细混匀,贮于棕色磨口瓶中。
4.5 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂:3 体积 1.00g/L 溴甲酚绿(HG 3-1220)乙醇溶液与 1 体积 2.00g/L 甲基红(HG 3-958)乙醇溶液混合。
4.6 碳酸氢钠(GB 640)。
4.7 碳酸氢钠溶液(GB 640):约 25.3g/L 溶液。

制备:称取 25.3g 碳酸氢钠(4.6)于 100mL 烧杯中,用水溶解,定量转移至 1 000mL 容量瓶中,用水

中华人民共和国化学工业部 1991-06-27 批准

1992-01-01 实施

稀释至刻度,摇匀。

标定:移取碳酸氢钠溶液 5.00mL 于 250mL 锥形瓶中,加约 50mL 水、4 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂(4.5),用盐酸标准滴定溶液(4.3)滴定至溶液由浅蓝色突变为浅紫色即为终点,记下所消耗盐酸标准滴定溶液(4.3)的体积 V_1 。

4.8 无水氯化钙。

4.9 氯化钙溶液:约 16.7g/L 溶液。

制备:称取 16.7g 无水氯化钙(4.8)于 100mL 烧杯中,用水溶解,定量转移至 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

标定:称取 2.00mL 氯化钙溶液于 250mL 锥形瓶中,加约 80mL 水 5mL 氢氧化钾溶液(4.1)、约 30mg 钙黄绿素-酚酞混合指示剂(4.4),在黑色背景下,用滴定管(5.2)移取 EDTA 标准滴定溶液(4.2)滴定至溶液的黄绿色荧光突然消失并出现红色时,即为终点。记下所消耗 EDTA 标准滴定溶液(4.2)的体积 V_2 。

5 仪器、设备

5.1 实验装置(见图 1):

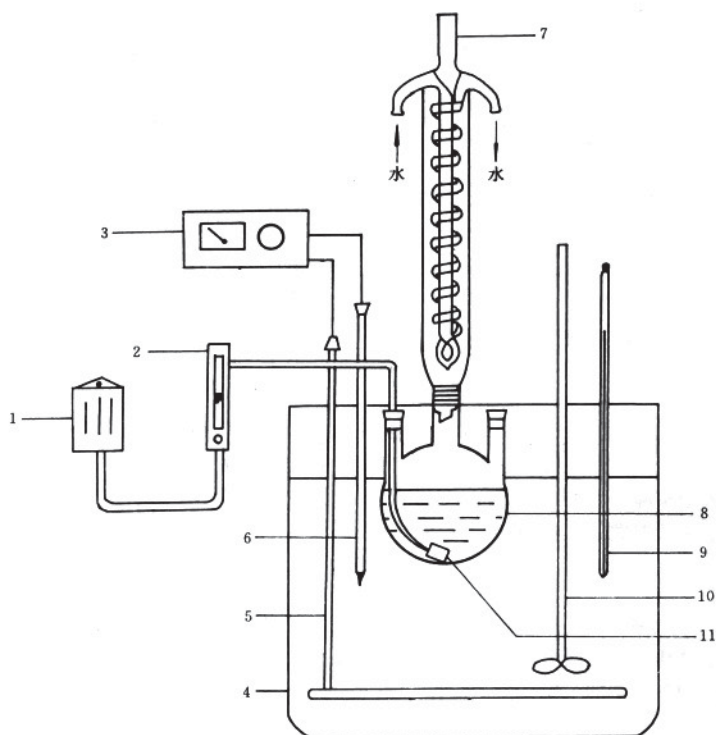


图 1 实验装置

1—鼓气装置;2—气体转子流量计;3—控温仪;4—恒温水浴;5—电加热器;6—测温探头

7—玻璃冷凝器;8—三颈烧瓶;9—温度计;10—搅拌器;11—鼓泡头

5.1.1 气体转子流量计:16~160L/h;

- 5.1.2 控温仪:0~100℃;
 5.1.3 恒温水浴:温度控制在 60℃±0.2℃;
 5.1.4 玻璃冷凝器:内冷式,磨口 29mm/32mm,长 300mm。
 5.1.5 三颈烧瓶:磨口 29mm/32mm,500mL;
 5.1.6 温度计:50℃~100℃,分刻度 0.1℃;
 5.1.7 鼓泡头:砂芯,圆球形(直径 25mm)或圆柱形(直径 20mm,长 24mm);
 5.2 滴定管(酸式):50mL;
 5.3 滴定管(酸式):10mL。

6 水处理剂样品

- 6.1 水处理剂样品溶液:1.00mL 含有 0.500mg 水处理药剂(以干基计),也可以根据需要,配成其他浓度。

制备:用减量法称取 a_1 克水处理剂样品,精确至 0.000 2g,于 500mL 容量瓶中;加水溶解,用水稀释至刻度,摇匀。

a_1 值按式(1)计算

$$a_1 = \frac{0.500 \times 500}{1\,000 \cdot X_1} = \frac{0.250}{X_1} \quad \text{..... (1)}$$

式中: X_1 ——样品中固体分的百分含量,%。

7 测定步骤

7.1 试液制备

用滴定管(5.2)加入碳酸氢钠溶液(4.7) a_2 mL 于 500mL 容量瓶中。移入 5.00mL 水处理剂样品溶液(6.1),加 250mL 水,摇匀。用滴定管(5.2)缓慢加入氯化钙溶液(4.9) a_3 mL,用水稀释至刻度,摇匀,即制备成 1L 中含有 5.00mg 水处理药剂、240mg (6.00mmol)钙离子(Ca^{2+})和 732mg (12.0mmol)碳酸氢根离子(HCO_3^-)的试液。

a_2 和 a_3 的值可分别按式(2)和式(3)计算:

$$a_2 = \frac{0.012\,0 \times 500}{V_1 \cdot c_1 / 5.00} = \frac{30.0}{V_1 \cdot c_1} \quad \text{..... (2)}$$

式中: V_1 ——标定碳酸氢钠溶液时所消耗盐酸标准滴定溶液的体积,mL;

c_1 ——标定碳酸氢钠溶液时盐酸标准滴定溶液的浓度,mol/L;

0.012 0——试液中碳酸氢根的浓度,mol/L;

5.00——标定时移取碳酸氢钠溶液(4.7)的体积,mL。

$$a_3 = \frac{0.006\,00 \times 500}{V_2 \cdot c / 2.00} = \frac{6.00}{V_2 \cdot c} \quad \text{..... (3)}$$

式中: V_2 ——标定氯化钙溶液时所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;

c ——标定氯化钙溶液时 EDTA 标准滴定溶液的浓度,mol/L;

0.006 00——试液中钙离子的浓度,mol/L;

2.00——标定时移取氯化钙溶液(4.9)的体积,mL。

7.2 阻垢性能测定

量取约 450mL 试液(7.1)于 500mL 三颈烧瓶中。将此烧瓶浸入 60±0.2℃ 的恒温水浴中,按(5.1)安装,同时,以 80L/h 的流量鼓入空气。经 6h 后,停止鼓入空气,取出三颈烧瓶,放至室温,此溶液即为钙离子稳定浓度溶液。移取 25.00mL 此溶液于 250mL 锥形瓶中,加约 80mL 水。除改用 10mL 滴定管(5.3)外,按标定氯化钙溶液的方法,测定钙离子的稳定浓度。记下所消耗的 EDTA 标准滴定溶液(4.2)

的体积 V_3 。

8 测定结果的表述

水处理药剂的阻垢性能以钙离子稳定浓度 X (mg/L) 表示,按式(4)计算:

$$X = \frac{V_3 \cdot c \times 40.08}{25.00} \times 1000 = 1603 \times V_3 \cdot c \quad (4)$$

式中: V_3 ——测定钙离子稳定浓度时所消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

c ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

25.00——移取钙离子稳定浓度溶液的体积, mL;

40.08——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的,以毫克表示的钙离子的质量。

所得结果应表示至二位小数。

9 允许差

取两次测定结果的算术平均值为测量结果。

聚丙烯酸及其钠盐,两次测定结果绝对差值:钙离子稳定浓度在 25~50 mg/L 范围内,不大于 1.5 mg/L,不同试验室测定结果之差不大于 3.4 mg/L。

附加说明

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由南京化工学院负责起草。

本标准主要起草人周本省、杨金相、陆建英、冯志英。