

中华人民共和国国家标准

部分水解聚丙烯酰胺水解度 测定方法

GB 12005.6—89

Determination for hydrolysis degree of
partly hydrolysis polyacrylamide

1 主题内容与适用范围

本标准规定了部分水解聚丙烯酰胺用甲基橙-靛蓝二磺酸钠为指示剂测定水解度的方法。
本标准适用于不同聚合方法制得的粉状或胶状水解聚丙烯酰胺的水解度的测定。

2 引用标准

GB 601 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
GB 12005.2 聚丙烯酰胺固含量测定方法

3 方法提要

部分水解聚丙烯酰胺是强碱弱酸盐,它与盐酸反应形成大分子弱酸,体系的pH值由弱碱性转变成弱酸性。

本标准用盐酸标准溶液滴定,选用甲基橙-靛蓝二磺酸钠为指示剂。用所消耗盐酸标准溶液的体积计算试样的水解度。

4 试剂和溶液

本方法所用试剂及水均为分析纯试剂及蒸馏水。

- 4.1 盐酸标准溶液:按GB 601配成 $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 的溶液。
- 4.2 甲基橙溶液:用蒸馏水配成0.1%的溶液,贮存于棕色滴瓶中,有效期为15d。
- 4.3 靛蓝二磺酸钠溶液:用蒸馏水配成0.25%的溶液,贮存于棕色滴瓶中,有效期为15d。

5 仪器

- 5.1 微量滴定管:容积1 mL,最小刻度0.01 mL。
- 5.2 锥形瓶:容积250 mL。
- 5.3 称量瓶:直径20 mm,高15 mm。
- 5.4 量筒:容积100 mL。
- 5.5 电磁搅拌器。
- 5.6 分析天平:感量0.000 1 g。
- 5.7 真空干燥箱。
- 5.8 铁支架,表面皿,玻璃板等。

6 试样溶液的配制

6.1 粉状试样溶液的配制

国家技术监督局1989-12-25批准

1990-11-01实施

- 6.1.1 用称量瓶采用减量法称取0.028~0.032 g试样,精确至±0.000 1g,三个试样为一组。
- 6.1.2 将盛有100 mL蒸馏水的锥形瓶放在电磁搅拌器上,打开电源,调节搅拌磁子转数使液面旋涡深度达1 cm左右,将试样缓慢加入锥形瓶中。
- 6.1.3 待试样完全溶解后,可直接进行水解度的测定。
- 6.2 胶状试样溶液的配制
- 6.2.1 当固含量在20%~30%时,取2~3 g胶状试样,用剪刀剪成小碎块,置于表面皿上。当固含量在10%以下时,取8~10 g胶状试样,平涂在15 cm×15 cm的玻璃板上。将试样置于真空干燥箱中在60℃,真空度5 300 Pa下干燥4 h。
- 6.2.2 将干燥后的试样按6.1条的方法配成溶液。
- 6.2.3 测试后所余固体试样按GB 12005.2测定试样的固含量。

7 测定步骤

- 7.1 用两支液滴体积比为1:1的滴管向试样溶液中加入甲基橙和靛蓝二磷酸钠指示剂各一滴,试样溶液呈黄绿色。
- 7.2 用盐酸标准溶液滴定试样溶液,溶液由黄绿色变成浅灰色即为滴定终点。记下消耗盐酸标准溶液的毫升数。

8 结果表示

- 8.1 试样水解度按下式计算:

$$HD = \frac{c \cdot V \times 71 \times 100}{1000 m \cdot s - 23 c \cdot V}$$

式中: HD ——水解度, %;

c ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L;

V ——试样溶液消耗的盐酸标准溶液的毫升数, mL;

m ——试样的质量, g;

s ——试样的固含量, %;

23——丙烯酸钠与丙烯酰胺链节质量的差值;

71——与1.00 mL盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的丙烯酰胺链节的质量。

- 8.2 每个试样至少测定三次,取两位有效数字,以算术平均值报告结果。
- 8.3 单个测定值与平均值的最大偏差在±1以内,如果超过最大偏差,应重新取样测定。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 注明按照本国家标准;
- 试样的生产厂家、型号、生产日期;
- 试样的固含量;
- 每个试样的测定值及一组试样的算术平均值;
- 试验人员及日期。

附加说明:

本标准由全国塑料标准化技术委员会提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会物理力学方法分技术委员会归口。

本标准由黑龙江大学起草。

本标准主要起草人张贞浴。