

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

水处理剂阻垢性能的测定 电化学石英晶体微天平法

Determination of scale inhibition performance of water treatment chemicals—
Electrochemical quartz crystal microbalance method

征求意见稿

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会（SAC/TC63/SC5）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

水处理剂阻垢性能的测定

电化学石英晶体微天平法

1 范围

本文件描述了水处理剂抑制碳酸盐垢沉积的阻垢性能测定方法—电化学石英晶体微天平法。

本文件适用于各种工业水体特别是复杂水体中投加的水处理剂抑制碳酸盐垢沉积的阻垢性能的测定，也适用于水处理剂抑制碳酸盐垢配方的筛选。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石英晶体微天平 *quartz crystal microbalance*

利用了石英晶体的压电效应，将石英晶体表面沉积或吸附物的质量变化，转化为晶体振荡频率变化的电信号，进而获得高精度的表面质量数据质量检测仪器。

3.2

电化学石英晶体微天平 *electrochemical quartz crystal microbalance*

将电化学测试系统与石英晶体微天平联合使用的设备。通过电化学测试系统施加阴极偏压于晶片，水体中的钙镁离子和碳酸根离子在石英晶体微天平晶片上沉积，导致晶片表面质量增加，进而获得结垢质量-结垢时间的动态变化规律。

4 方法提要

以现场水或模拟现场水水质的配制水和水处理剂制备成试样溶液，电化学石英晶体微天平阻垢性能测定装置，通过在工作电极（石英晶体微天平晶片）上施加相对于开路电位-1.40V 的阴极极化电位，使钙镁离子和碳酸根离子在工作电极表面加速反应结垢。根据结垢质量随结垢时间变化的趋势，测定水处理剂的阻垢性能。

5 试剂或材料

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。

5.1 盐酸溶液：1mol/L。

5.2 氢氧化钾溶液：200g/L。

5.3 碳酸氢钠标准溶液：1mL 含 18.3mg HCO_3^- 。称取 6.3000g 碳酸氢钠置于 250 mL 烧杯中，精确至 0.2mg。溶解后转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

5.4 氯化钙标准溶液：1mL 约含 6.0mg Ca^{2+} 。

a) 制备

称取16.7g无水氯化钙，溶解于1000mL水中，摇匀。

b) 标定

移取2mL上述溶液置于250mL锥形瓶中，加入约80mL水、5mL氢氧化钾溶液和约0.1g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。

c) 结果计算

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

$$\rho = \frac{V_1 c M}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

V_1 ——滴定中消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液实际浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V ——所取氯化钙溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL) ($V=2$)；

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

计算结果表示到小数点后两位。

5.5 水处理剂试样溶液：1.00 mL 含有 0.500 mg 水处理剂（以干基计）。

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

6 仪器、设备

6.1 带控温磁力搅拌器：温度可控制在 20℃~80℃，精度±1℃。

6.2 石英晶体微天平：芯片基频不限，分辨率≤0.1Hz，可连接电化学测试系统。

6.3 电化学工作站：具备计时电流法 (CA, chronoamperometry) 功能。

6.4 超声波清洗器。

6.5 广口瓶：1L，配有打孔橡胶塞。

6.6 电化学石英晶体微天平阻垢性能测定装置：如图 1 所示。

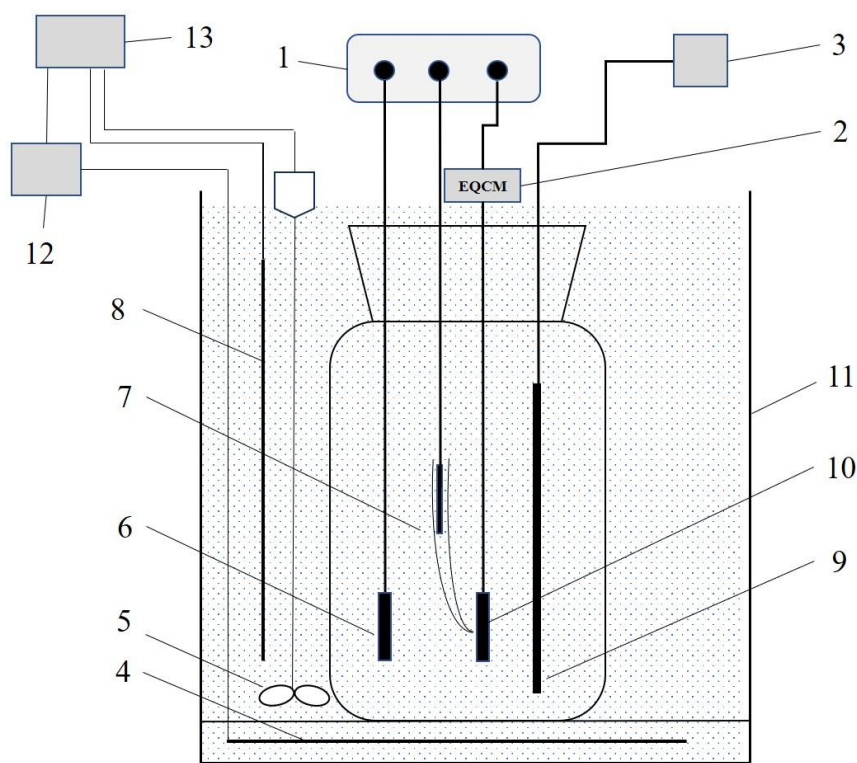


图1 电化学石英晶体微天平评定水处理剂阻垢性能测定装置

- 标引序号说明：
- 1——电化学工作站；
 - 2——电化学石英晶体微天平；
 - 3——控温系统；
 - 4——加热管；
 - 5——搅拌器；
 - 6——辅助电极；
 - 7——参比电极；
 - 8——热敏电极；
 - 9——温度探头；
 - 10——工作电极（石英晶片）；
 - 11——水浴缸；
 - 12——控温仪；
 - 13——电源。

7 试样溶液的制备

7.1 配制水

在1 000 mL容量瓶中加入500 mL水，用滴定管加入一定体积的氯化钙溶液，使钙离子的量为240 mg。加入定量的水处理剂试样溶液，摇匀。缓慢加入40.00mL的碳酸氢钠标准溶液(边加边摇动)，用水稀释至刻度，摇匀。

7.2 现场水

移取500 mL现场水置于1000mL容量瓶中，加入定量的水处理剂试样溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

7.3 空白试液的制备

配置水和现场水的空白试液的制备，除不加水处理剂试样溶液外，按7.1或7.2步骤操作。

8 试验步骤

8.1 按图 1 所示, 安装调整电化学石英晶体微天平测定装置, 设定恒温温度为 $20^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$, 也可根据现场具体工况选择其它温度条件。

8.2 将第 7 章制备的试样溶液全部转移至图 1 广口瓶中, 待温度达到设定温度, 开启搅拌装置, 搅拌速度按照现场工况条件选择, 也可选择静态条件测试。

8.3 开启电化学工作站和电化学石英晶体微天平, 监测开路电位 (OCP) 180s。

8.4 待 OCP 稳定后, 向工作电极施加相对于开路电位 -1.4 V 的阴极极化电位, 软件监测石英晶体微天平晶片上单位面积质量变化 (Δm) 随时间 (t) 的变化曲线, 监测时间为 1800s, 测量取样间隔时间不大于 1s。

8.5 待监测 Δm - t 曲线 1800s 后, 结束试验, 保存数据。

8.6 同时做空白试验。

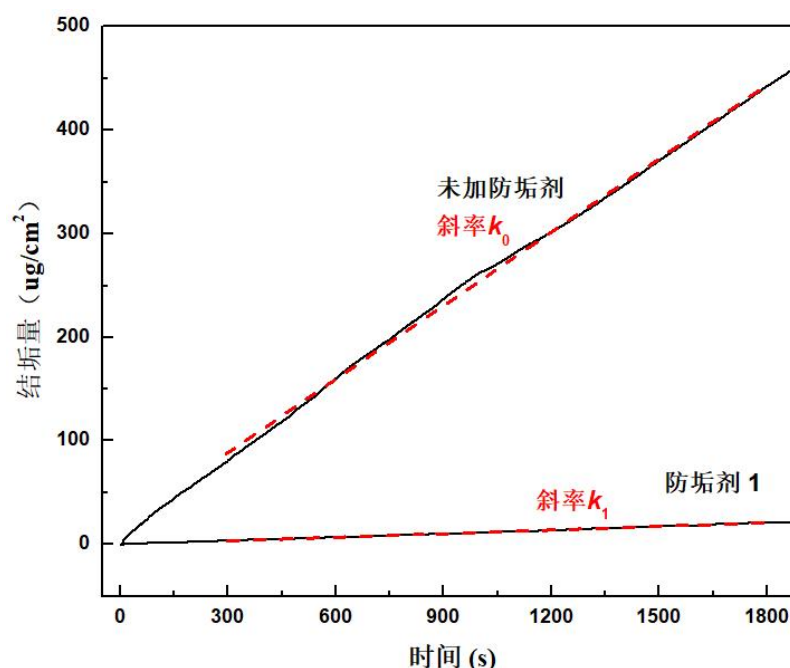


图2 结垢质量随时间变化的曲线图

9 晶片的处置

试验结束后, 取出晶片, 用清水冲洗后置于盐酸溶液中, 超声清洗 3min。取出, 用清水冲洗, 冷风吹干后供反复使用。

10 结果计算

水处理剂阻垢性能以 η 计, 数值以 % 表示, 按公式 (2) 计算

$$\eta = \frac{k_0 - k_1}{k_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

k_0 ——空白试液测得的结垢质量-结垢时间曲线的斜率;

k_1 ——加入水处理剂的试样溶液测得的结垢质量-结垢时间曲线的斜率。

11 允许差

取两次平行测定结果 (η) 的算数平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于2%。

12 试验报告

试验报告应包括但不限于以下信息：

- a) 本文件编号及名称；
 - b) 水处理剂信息：包括水处理剂名称、生产单位、主要成分含量等；
 - c) 水处理剂的加入量；
 - d) 水处理剂试样溶液浓度、加入体积；
 - e) 试验人员和试验日期；
 - f) 试验结果；
 - g) 其他可能影响测定结果的相关环境要素的说明。
-