

ICS 71.100.40

分类号: G71



中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 5481—2020

洗涤助剂 聚丙烯酸钠

Detergent builder—Sodium polyacrylate

2020-04-16 发布

2020-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会（SAC/TC 272）归口。

本标准起草单位：广州星业科技股份有限公司、中国日用化学研究院有限公司[国家洗涤用品质量监督检验中心（太原）]。

本标准主要起草人：许林寿、黄育苗、李晓辉。

本标准为首次发布。

洗涤助剂 聚丙烯酸钠

1 范围

本标准规定了洗涤助剂聚丙烯酸钠的产品分类、结构、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以丙烯酸为原料，经聚合、中和制得的均聚型洗涤助剂聚丙烯酸钠。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 605 化学试剂 色度测定通用方法

GB/T 5561 表面活性剂 用旋转式粘度计测定粘度和流动性质的方法

GB/T 6368 表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

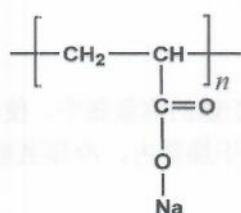
GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 13173—2008 表面活性剂 洗涤剂试验方法

3 产品分类和结构

产品分为3类：I型（液体，部分中和）、II型（液体，完全中和）和III型（固体，完全中和）。

聚丙烯酸钠结构简式：



4 技术要求

洗涤助剂聚丙烯酸钠理化指标应符合表 1 的规定。

表 1 洗涤助剂聚丙烯酸钠理化指标

项 目	I型	II型	III型
外 观	无色至浅黄色透明粘稠液体	无色至浅黄色透明粘稠液体	白色粉末状固体
色泽/ (APHA/Pt-Co) ≤	200	200	—
固含量/ (%)	48.0~52.0	43.0~47.0	≥92.0
pH (20%水溶液, 25℃)	3.4~4.0	6.5~8.0	6.5~8.0
粘度 (25℃) / (mPa·s)	500~750	400~14 00	—

表1(续)

项 目	I型	II型	III型
重均分子量 (Mw)	4 000~8 000	4 000~8 000	4 000~8 000
分子量分布系数 (D) ≤	3.0	3.0	3.0
丙烯酸残留量/(mg/kg) ≤	100	100	100
钙螯合值(以 CaCO_3 计)/(mg/g)	390~520	300~400	600~800
总五氧化二磷含量/(%) ≤	0.5	0.5	1.0
氯离子(Cl^-)含量/(%) ≤	0.13	0.1	0.2

5 试验方法

5.1 试验条件

除非另有说明，在分析中仅使用认可的分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。

5.2 外观

取适量试样，置于干燥洁净的无色透明实验器皿内，在非直射光条件下进行观察。

5.3 色澤

按 GB/T 605 进行测定。

5.4 固含量

1 方法提要

样品中水

2 仪器

5.4.2.1 恒温烘箱：可控制温度（15

5.4.2.2 称量瓶、

5.4.2.3 干燥器。

5.4.2.4 分析天平

5.4.3 操作步骤

称取 1 g 样品（精确至 0.001 g）于干燥的称量瓶中，使样品均匀铺于瓶底。放入 (150 ± 2) °C 烘箱中，干燥 1.5 h。盖好称量瓶盖子，移入干燥器内，冷却至室温后称量。

5.4.4 结果与计算

固含量 X_1 以质量分数表示, 按式 (1) 计算:

$$X_1 = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \dots \dots \dots \quad (1)$$

武中：

X_1 — 固含量, %:

m_3 ——称量瓶及样品干燥后的质量，单位为克 (g)；

m_1 — 干燥的称量瓶的质量，单位为克 (g)；

m_2 ——称量瓶及样品干燥前的质量，单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后两位为测定结果。

5.4.5 糖密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.5 %，以大于 0.5 %的情况不超过 5 %为前提。

5.5 pH

配制 20 %的样品水溶液，按 GB/T 6368 进行测定。

5.6 粘度

按 GB/T 5561 进行测定。

5.7 重均分子量和分子量分布系数

5.7.1 方法提要

聚丙烯酸钠在凝胶色谱柱中分离，分子量大的先洗脱出色谱柱，分子量小的后洗脱出色谱柱。加入强电离的氯化钠抑制聚丙烯酸钠电离使其不能形成离子，降低聚丙烯酸钠分子间的作用力，使聚丙烯酸钠在凝胶色谱柱的孔隙中按分子量由大到小顺利流出色谱柱。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 十二水磷酸氢二钠，优级纯。

5.7.2.2 二水磷酸二氢钠，优级纯。

5.7.2.3 氯化钠，优级纯。

5.7.2.4 纯水，色谱级。

5.7.2.5 0.02 %叠氮化钠溶液，用 $0.2 \mu\text{m}$ 过滤膜过滤。

5.7.2.6 10 %氢氧化钠溶液。

5.7.2.7 聚丙烯酸钠标准样，如 American Polymer Standards Corp. 的 PAA1K ($M_p=900$)，PAA4K ($M_p=2925$)，PAA5K ($M_p=4100$)，PAA18K ($M_p=16000$)。

5.7.3 仪器

5.7.3.1 液相色谱仪，紫外检测器，工作站软件和分子量分布计算软件。

5.7.3.2 色谱柱，水性凝胶色谱柱， $300 \text{ mm} \times 7.5 \text{ mm}$ ，分子量范围：100~80 000。

5.7.3.3 流动相过滤器。

5.7.3.4 过滤膜， $0.2 \mu\text{m}$ 。

5.7.3.5 针头过滤器， $0.45 \mu\text{m}$ 。

5.7.3.6 容量瓶，1 000 mL。

5.7.3.7 酸度计。

5.7.3.8 样品瓶，10 mL。

5.7.3.9 烧杯，1 000 mL。

5.7.4 流动相

称取 6.9 g 十二水磷酸氢二钠、9.24 g 二水磷酸二氢钠和 17.5 g 氯化钠于 1 000 mL 烧杯中，加入 800mL 纯水溶解，用 10 % 氢氧化钠溶液调节 pH 至 7.2 ± 0.1 ，倒入 1 000 mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度，用 $0.2 \mu\text{m}$ 过滤膜过滤。

5.7.5 色谱参考条件

色谱参考条件如下：

a) 紫外检测器：214 nm；

b) 柱温：35 °C；

c) 流速：1 mL/min；

d) 进样量：20 μL ；

e) 分析时间：12 min。

5.7.6 操作步骤

聚丙烯酸钠标准样品用流动相配成浓度约为 0.5 g/L~1 g/L 的溶液（以干基计），每种标准样品单独配制，各浓度应尽量一致，用 $0.45 \mu\text{m}$ 针头过滤器过滤到样品瓶中。称取一定量的样品，用流动相溶

解，配制成浓度约为 $0.5\text{ g/L} \sim 1\text{ g/L}$ 的溶液（以干基计）。如果样品的 pH 不等于 7.2 ± 0.2 ，则用流动相将样品配成 20 % 的溶液，用氢氧化钠溶液或盐酸溶液将 pH 调节至 7.2 ± 0.2 ，再配制成 $0.5\text{ g/L} \sim 1\text{ g/L}$ 的溶液（以干基计）。

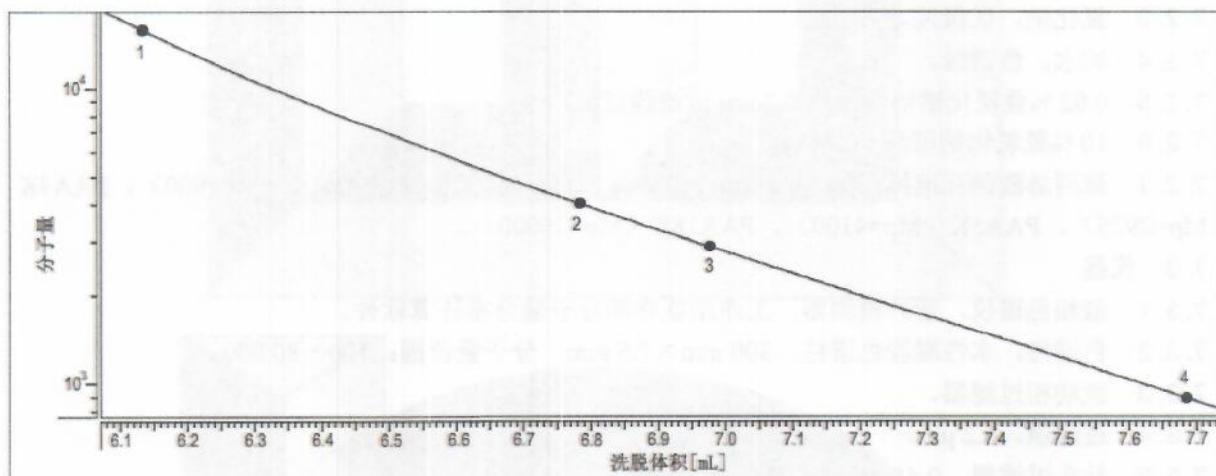
按 5.6.5 设定色谱条件，待基线稳定后，进聚丙烯酸钠标准样进行分析，制作聚丙烯酸钠标准样品分子量分布校正曲线（图 1），再进样品进行分析。图 2 为聚丙烯酸钠标准样色谱图，多条色谱信号重叠显示。

5.7.7 结果与计算

工作站软件和分子量分布计算软件自动计算样品重均分子量和分子量分布系数，图 3 为样品分子量计算结果。

5.7.8 色谱柱保存

分析完成后，色谱柱先用纯水冲洗 1 h，再用 0.02 % 叠氮化钠冲洗 1 h，流速为 1 mL/min 。干燥阴暗处保存。



1—PAA18K，分子量 16 000，6.138 mL； 2—PAA5K，分子量 4 100，6.788 mL；
3—PAA4K，分子量 2 925，6.985 mL； 4—PAA1K，分子量 900，7.687 mL。

图 1 聚丙烯酸钠标准样品分子量分布校正曲线

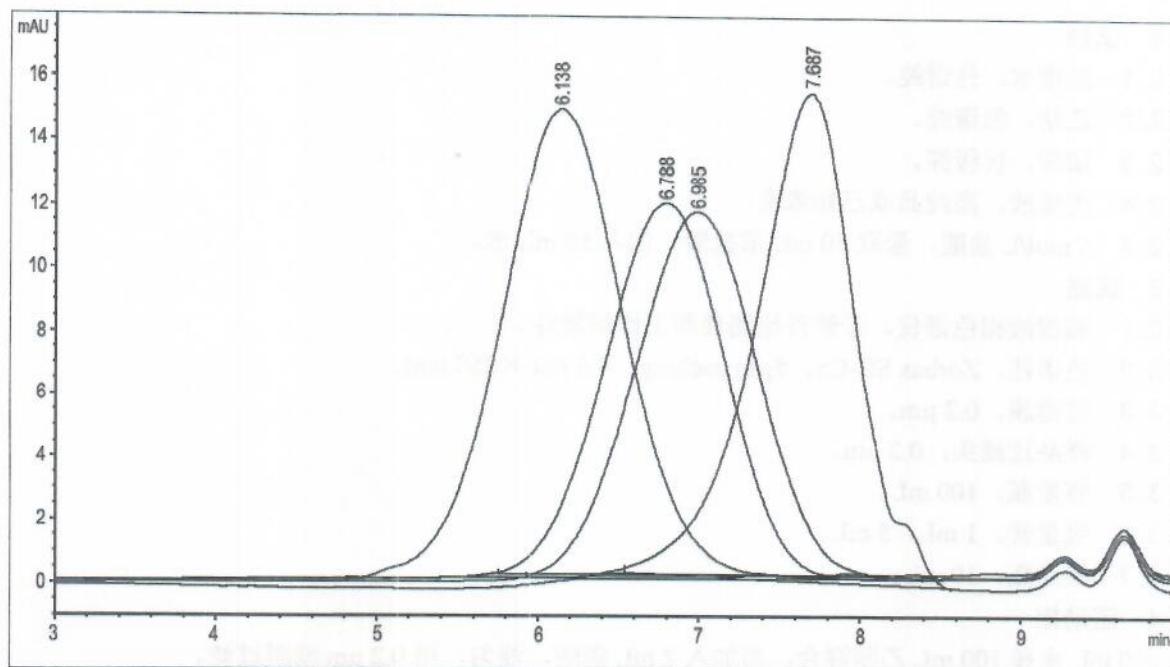


图 2 聚丙酸钠标准样色谱图（重叠显示）

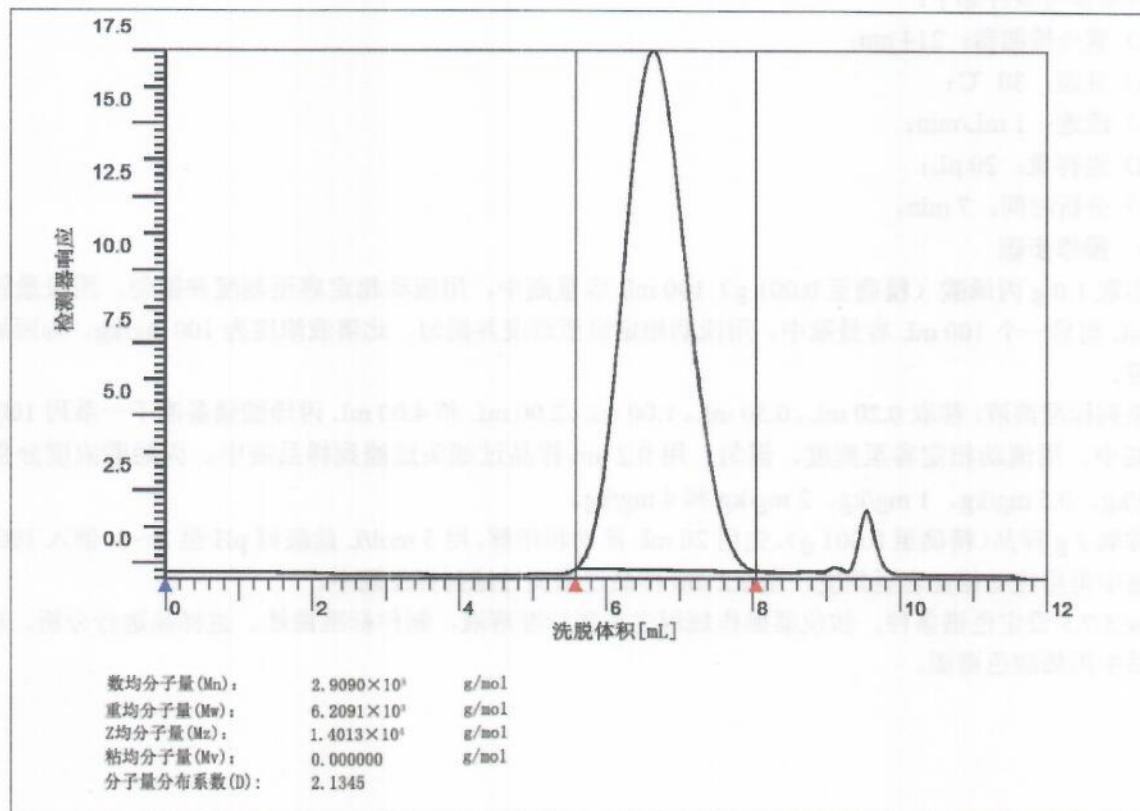


图 3 样品分子量计算结果

5.8 丙烯酸残留量

5.8.1 方法提要

在酸性条件下，丙烯酸钠变成丙烯酸，使丙烯酸在色谱柱上的保留时间增加，与其他物质分离。

5.8.2 试剂

- 5.8.2.1 蒸馏水, 色谱纯。
- 5.8.2.2 乙腈, 色谱纯。
- 5.8.2.3 磷酸, 优级纯。
- 5.8.2.4 丙烯酸, 高纯品或已知浓度。
- 5.8.2.5 5 mol/L 盐酸, 量取 50 mL 浓盐酸, 加入 50 mL 水。

5.8.3 仪器

- 5.8.3.1 高效液相色谱仪, 带紫外检测器和工作站软件。
- 5.8.3.2 色谱柱, Zorbax SB-C8, 5 μm packing, 4.6 mm×250 mm。
- 5.8.3.3 过滤膜, 0.2 μm。
- 5.8.3.4 样品过滤头, 0.2 μm。
- 5.8.3.5 容量瓶, 100 mL。
- 5.8.3.6 吸量管, 1 mL, 5 mL。
- 5.8.3.7 样品瓶, 10 mL。

5.8.4 流动相

900 mL 水和 100 mL 乙腈混合, 再加入 2 mL 磷酸, 混匀, 用 0.2 μm 滤膜过滤。

5.8.5 色谱参考条件

色谱参考条件如下:

- a) 紫外检测器: 214 nm;
- b) 柱温: 30 °C;
- c) 流速: 1 mL/min;
- d) 进样量: 20 μL;
- e) 分析时间: 7 min。

5.8.6 操作步骤

称取 1.0 g 丙烯酸(精确至 0.001 g) 100 mL 容量瓶中, 用流动相定容至刻度并摇匀。用吸量管移取 1 mL 到另一个 100 mL 容量瓶中, 用流动相定容至刻度并摇匀, 此溶液浓度为 100 mg/kg, 为丙烯酸储备液。

系列标准溶液: 移取 0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 和 4.00 mL 丙烯酸储备液于一系列 100 mL 容量瓶中, 用流动相定容至刻度, 摆匀, 用 0.2 μm 样品过滤头过滤到样品瓶中。丙烯酸浓度分别为 0.2 mg/kg、0.5 mg/kg、1 mg/kg、2 mg/kg 和 4 mg/kg。

称取 2 g 样品(精确至 0.001 g), 先用 20 mL 流动相溶解, 用 5 mol/L 盐酸调 pH 至 2~3, 倒入 100 mL 容量瓶中再用流动相定容至刻度, 用 0.2 μm 样品过滤头过滤到样品瓶中。

按 5.7.5 设定色谱条件, 按仪器操作规程进系列标准溶液, 制作标准曲线。进样品进行分析, 图 4 为样品中丙烯酸色谱图。

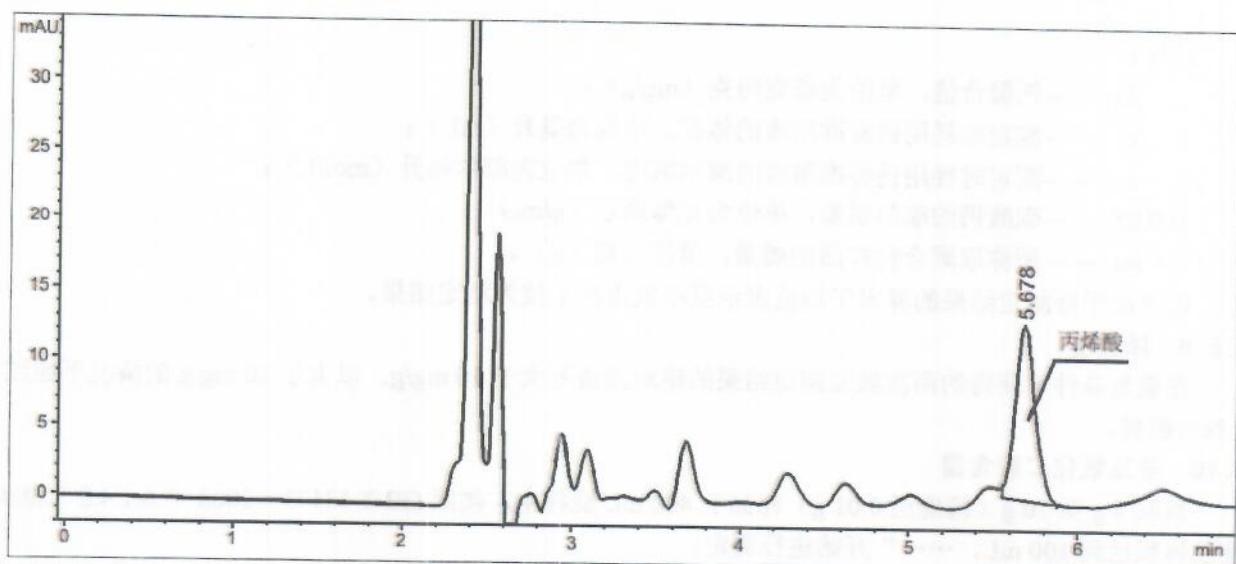


图4 样品中丙烯酸色谱图

5.8.7 结果与计算

色谱工作站自动计算结果。

5.9 钙螯合值

5.9.1 方法提要

以碳酸钠作指示剂，用钙标准溶液滴定聚合物，聚合物与钙离子生成聚丙烯酸一钙螯合物。当钙过量时，与碳酸钠生成白色混浊物为终点。

5.9.2 试剂

5.9.2.1 20 g/L 碳酸钠溶液：称取 2 g 碳酸钠，定容于 100 mL 水中。

5.9.2.2 1 mol/L 氢氧化钠溶液 称取 4 g 氢氧化钠，溶解于 100 mL 水中。

5.9.2.3 0.25 mol/L 钯标准溶液 按照附录A配制及标定

5.9.3 仪器

5.9.3.1 量筒 10 mL

5.9.3.2 酸式滴定管 50 mL

5.9.3.3 烧杯 250 mL

5.9.3.4 由磁搅拌器及搅拌子

5.9.3.5 酸度计

5.9.4 操作步骤

称取样品（I型称量1.2g、II型称量1.5g、III型称量0.8g，精确至0.001g）于250mL烧杯中，加入100mL水。将烧杯置于电磁搅拌器，放入搅拌子，开动搅拌，混合均匀后，将电极插入到溶液中，加入10mL碳酸钠溶液（I型先用1mol/L氢氧化钠将pH调节到7~8，再加入碳酸钠溶液），再滴加1mol/L氢氧化钠溶液，调节pH为11.0~11.5，加水至150mL，用钙标准滴定溶液滴定，边滴定边加入1mol/L氢氧化钠溶液，维持溶液的pH在11.0~11.5之间，溶液出现的混浊不消失即为终点。

5.9.5 结果与计算

钙螯合值 X_2 以碳酸钙计, 以毫克每克表示, 按式 (2) 计算:

c_2 ——硫氰酸铵标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
 35.44 ——氯离子的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
 m_5 ——样品的质量，单位为克（g）。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后两位为测定结果。

5.11.6 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.02%，以大于 0.02% 的情况不超过 5% 为前提。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 出厂检验

第 4 章中表 1 规定的除丙烯酸残留量、总五氧化二磷含量和氯离子含量外的其余技术指标要求。

6.1.2 型式检验

型式检验包括第 4 章中表 1 规定的全部技术指标要求，在如下情况必须进行型式检验：

- a) 正常生产应每 3 个月进行 1 次型式检验；
- b) 生产工艺、生产设备、原材料、催化剂等变化或不正常，以及生产管理要素（包括人员素质）的变化可能影响产品质量和性能时；
- c) 长期停产后恢复生产时；
- d) 出厂检验结果与上次的型式检验有较大差异时；
- e) 质量监督机构，使用单位提出型式检验要求时。

6.2 产品组批与抽样原则

6.2.1 组批

本产品按批交付和抽样验收，一次交付的同一类型、规格、批号的产品组成交付批。

产品应经生产厂的质量检验部门按本标准规定的检验方法检验合格，并出具产品质量检验合格证，方可出厂。收货单位应在到货 1 个月内，凭合格证验收，必要时可按 6.2.2 取样验收。

6.2.2 取样

由批量大小，按表 2 确定样本大小，从批中随机抽取样本单位。

表 2 批量和样本大小

单位为桶						
批 量	1	2~15	16~50	51~150	151~500	>500
样本大小	1	2	3	5	8	13

取样时用干燥清洁的取样管或其他取样器皿，插至每个样本（桶）的 2/3 深度抽取等量样品，取样总量不应少于 1 kg。将所取试样分成 2 份，分别装入两支洁净干燥的磨口瓶内并密封，一份用于检测，一份封存。

6.3 判定规则

检验结果数据应先按照 GB/T 8170 规定修约到与技术要求量值的有效位数一致，再对照技术要求中规定的极限值判定检验批产品合格或不合格。

如检验结果中有 1 项指标不符合标准时，应重新以双倍样本采取试样，对不合格项进行复检。复检结果符合本标准规定时，判该批产品为合格；若仍不合格，则判该批产品为不合格。

6.4 仲裁

收货单位如发现产品质量不符合本标准规定的要求，应在到货1个月内与生产者交涉。若因检验结果不同，不能取得协议时，双方应按6.2.2条取样。取样总量不应少于1.5kg，将抽取的试样仔细混匀后，分别装入3个洁净干燥的试样瓶中，签封。标签上应注明产品名称、类型、规格、批号、生产者名称、取样日期、取样人。交收双方各执一份，第三份签封后，备仲裁检验用。试样存放于暗处，保存期1个月。仲裁检验结果为最后依据。

7 标志、包装、运输与贮存

7.1 标志

按GB/T 191包装储运图示标志规定进行。

包装桶外壁图案及文字应清晰端正，需要标明：

- a) 产品名称、商标、规格、执行标准号；
- b) 生产日期和保质期或产品批号和限期使用日期；
- c) 净含量、毛重；
- d) 防水、防潮、小心轻放等文字或标记；
- e) 生产者名称、地址和邮政编码。

7.2 包装

产品应用洁净、无腐蚀、能保证强度的塑料桶包装。灌装后应封口良好。包装的净含量应符合标称质量。

7.3 运输

产品在运输时应轻装轻卸，不应倒置，避免日晒、雨淋。

7.4 贮存

产品应贮存在通风良好，不受阳光直射或雨淋的场所。

8 保质期

在规定的运输和包装贮存条件下，在包装完整未经启封的情况下，从生产之日起保质期不低于1年。



10

附录 A

0.25mol/L 钙标准溶液的配制及标定

A. 1 试剂

- A. 1. 1 氯化钠。
 - A. 1. 2 无水氯化钙。
 - A. 1. 3 200 g/L 氢氧化钾溶液, 20 g 氢氧化钾, 定容至 100 mL。
 - A. 1. 4 1 % 钙羧酸指示剂, 称取 1 g 钙羧酸指示剂加到 99 g 氯化钠中, 研磨成粉末。
 - A. 1. 5 0.05 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液, 按 GB/T 601 进行制备。

A.2 仪器

- A. 2. 1 酸式滴定管, 50 mL。
 - A. 2. 2 量筒, 10 mL。
 - A. 2. 3 锥形瓶, 150 mL。
 - A. 2. 4 移液管, 20 mL。

A. 3 配制及标定

称取 27.75 g 无水氯化钙于烧杯中，用新煮沸并冷却的蒸馏水 1 000 mL 溶解。移取 5.00 mL 上述溶液于 250 mL 锥形瓶中，加 30 mL 水、200 g/L 氢氧化钾溶液 5 mL、1% 钙羧酸指示剂约 0.1 g，用 0.05 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定，溶液由紫红色变为亮蓝色为终点。

A. 4 计算

乙酸钙的浓度 c 按式 (A.1) 进行计算:

$$c = \frac{c_3 \times V_3}{5} \dots \quad (\text{A.1})$$

式中：

c_3 ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_3 —滴定时消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）。

中华人民共和国

轻工行业标准

洗涤助剂 聚丙烯酸钠

QB/T 5481—2020

*

中国轻工业出版社出版发行

地址：北京东长安街 6 号

邮政编码：100740

发行电话：(010) 85119832/38

网址：<http://www.chlip.com.cn>

Email：club@chlip.com.cn

轻工业标准化编辑出版委员会编辑

地址：北京西城区月坛北小街 6 号院

邮政编码：100037

电话：(010) 68049923

*

版权所有 侵权必究

书号：155019 · 5516

印数：1—200 册 定价：30.00 元