

中国石油化工集团公司企业标准

Q/SH 0237—2008

驱油用聚丙烯酰胺技术要求

2008-10-17 发布

2008-12-31 实施

中国石油化工集团公司 发布

前 言

本标准由中国石油化工股份有限公司科技开发部提出并归口。

本标准起草单位：中国石化采油助剂与机电产品质量监督检验中心（中国石化胜利油田分公司技术检测中心）

本标准主要起草人：张娜 杜灿敏 隋林 周海刚 王亭沂 曹金林 张志振

驱油用聚丙烯酰胺技术要求

1 范围

本标准规定了粉状驱油用聚丙烯酰胺的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于粉状驱油用聚丙烯酰胺产品的质量检验。

本标准中的 **I 型** 产品是指适合于地层温度 $\leq 70^{\circ}\text{C}$ 、地层水矿化度 $\leq 10000\text{mg/L}$ 油藏的三次采油用粉状产品。**II 型** 产品是指适合于地层温度 $\leq 80^{\circ}\text{C}$ 、地层水矿化度 $\leq 30000\text{mg/L}$ 油藏的三次采油用粉状产品。

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 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 1632 聚合物稀溶液粘数和特性粘数测定

GB/T 6679-2003 固体化工产品采样通则

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

3 技术要求

表 1 驱油用聚丙烯酰胺产品质量技术要求

序号	项 目		技术要求	
			I 型	II 型
1	外观		白色粉状颗粒	
2	水解度		$\leq 24.0\%$	
3	表观粘度, $\text{mPa}\cdot\text{s}$		≥ 11.5	≥ 12.5
4	固含量		$\geq 89.0\%$	
5	滤过比		≤ 1.5	
6	溶解性		溶解时间 $\leq 2.0\text{h}$	
7	不溶物含量		$\leq 0.2\%$	
8	剪切粘度保留率		$\geq 90.0\%$	$\geq 70.0\%$
9	静吸附粘度保留率		$\geq 90.0\%$	
10	残余丙烯酰胺含量		$\leq 0.1\%$	
11.1	颗粒含量	小于 0.15mm 颗粒含量	$\leq 5.0\%$	
11.2		大于 1.0mm 颗粒含量	$\leq 5.0\%$	

序号	项 目		技术要求	
			I 型	II 型
12.1	热稳定性	70℃无氧条件下 7d 后粘度保留率	≥90.0%	/
12.2		70℃无氧条件下 1 个月后粘度保留率	≥80.0%	/
12.3		80℃无氧条件下 7d 后粘度保留率	/	≥90.0%
12.4		80℃无氧条件下 1 个月后粘度保留率	/	≥80.0%
13	特性粘数, mL/g		≥2000	≥2400
14	界面复合粘弹模量 (E), mN/m		≥40	
15	界面弹性模量 (E'), mN/m		≥38	

4 仪器设备和材料

- 4.1 电子天平：感量 0.0001g；感量 0.01g；
- 4.2 恒温干燥箱：温度范围室温至 250℃，控温精度±2℃；
- 4.3 空压机：(0~2.0) MPa；
- 4.4 液相色谱仪：DIONEX UVD170U 或同类产品；
- 4.5 滤过比装置：Gelman2220 滤膜夹持器；600mL Millipore 滤筒或同类产品；
- 4.6 数显磁力搅拌器：配长度为 5.8cm 的“一”字形转子和长度为 3.2cm 的“十”字形转子；
- 4.7 毛细管：内径 0.10cm；长度 20cm；
- 4.8 振筛机：GS-86 型或同类产品；
- 4.9 标准筛：孔径分别为 0.15mm 和 1.0mm；
- 4.10 粘度计：LVDV-III 型布氏数字粘度计或同类产品；
- 4.11 恒温水浴：温度范围室温至 95℃，控温精度±0.1℃；
- 4.12 移液管：10 mL；5 mL；
- 4.13 玻璃注射器：250 μL；
- 4.14 恒温水浴振荡器：温度范围室温至 95℃，控温精度±2℃；
- 4.15 不锈钢滤网：孔径 25μm。
- 4.16 干燥器：装有干燥剂；
- 4.17 数显搅拌器：(0~1000) r/min，精度±20r/min；不锈钢搅拌桨叶片数 3，叶片旋转半径 2.45cm，叶片直径 1.80cm，叶片倾角 34 度；
- 4.18 滤膜：孔径 0.22μm；10.0μm；
- 4.19 稀释型乌氏毛细管粘度计：符合 GB/T 1632，1mol/L 的氯化钠水溶液在 30℃ 下的流经时间在 (100~130) s 范围内。
- 4.20 酸式微量滴定管：分度值 0.01mL；
- 4.21 秒表：分度值 0.1s；
- 4.22 胶塞小口瓶：250 mL；
- 4.23 量筒：25mL；
- 4.24 压力表：0.25 级，0MPa~1.0MPa；0.4 级，0MPa~1.0MPa；
- 4.25 离心机：0r/min~4000 r/min；
- 4.26 氮气：纯度 99.9%；
- 4.27 夹套烧杯；
- 4.28 安瓿瓶；
- 4.29 火焰封口装置；

- 4.30 G₀磨砂漏斗;
- 4.31 稳压电源;
- 4.32 真空泵;
- 4.33 全自动液滴界面粘弹张力仪: OCA20 型或同类产品。

5 试剂和溶液

5.1 试剂

- 5.1.1 甲醇: 色谱纯;
- 5.1.2 二氯甲烷: 色谱纯;
- 5.1.3 无水碳酸钠: 基准试剂;
- 5.1.4 无水硫酸钠: 分析纯;
- 5.1.5 氯化钠: 分析纯;
- 5.1.6 无水氯化钙: 分析纯;
- 5.1.7 六水合氯化镁: 分析纯;
- 5.1.8 碳酸氢钠: 分析纯;
- 5.1.9 丙烯酰胺: 分析纯;
- 5.1.10 无水乙醇: 分析纯;
- 5.1.11 异丙醇: 分析纯;
- 5.1.12 一水合柠檬酸: 分析纯;
- 5.1.13 磷酸氢二钠: 分析纯;
- 5.1.14 盐酸: 分析纯;
- 5.1.15 石英砂: 分析纯, 0.3mm~0.7mm, 含铁量≤0.005%;
- 5.1.16 蒸馏水: 符合 GB/T 6682 中三级水要求;
- 5.1.17 正十二烷: 分析纯。

5.2 溶液

5.2.1 盐水 I

在 10kg 天平上放置一 5L 细口瓶, 向细口瓶中加入 4923.42g 蒸馏水, 放入磁力搅拌子后将其置于磁力搅拌器上, 开动搅拌器, 使溶液形成旋涡, 按顺序加入以下物质: 无水氯化钙 2.78g、六水合氯化镁 2.96g、氯化钠 70.84g。每加入一种试剂待其完全溶解后再加入另一种试剂。用磁力搅拌器搅拌 15min 后待用。所得溶液总矿化度为 6000mg/L, 其中钙离子和镁离子的总量为 270mg/L。配制的盐水必须均质透明, 不得有沉淀现象, 否则应重新配制。该盐水有效期 7d。

5.2.2 盐水 II

在 10kg 天平上放置一 5L 细口瓶, 向细口瓶中加入 4874.16g 蒸馏水, 放入磁力搅拌子后将其置于磁力搅拌器上, 开动搅拌器, 使溶液形成旋涡, 按顺序加入以下物质: 无水氯化钙 7.39g、六水合氯化镁 5.58g、氯化钠 112.87g。每加入一种试剂待其完全溶解后再加入另一种试剂。用磁力搅拌器搅拌 15min 后待用。所得溶液总矿化度为 20000mg/L, 其中钙离子和镁离子的总量为 665mg/L。配制的盐水必须均质透明, 不得有沉淀现象, 否则应重新配制。该盐水有效期 7d。

5.2.3 聚丙烯酰胺母液

I 型与 II 型产品聚丙烯酰胺母液的制备分别采用经 0.22 μm 滤膜过滤的盐水 I 和盐水 II。

准确称取 (0.6/*S*) g 样品 (*S* 为固含量), 精确至 0.0001g。称取 (200-0.6/*S*) g 盐水于 500mL 烧杯中, 开动恒速搅拌器在 400r/min 下沿旋涡壁 30s 内慢慢加入试样, 然后继续在 700r/min 转速下搅拌 1h, 所得溶液浓度为 3000mg/L。密闭放置 24h 后, 用玻璃棒稍微搅拌再进行稀释。

6 试验方法

6.1 外观

在自然光下，目测样品的外观。

6.2 水解度

6.2.1 试剂溶液准备

6.2.1.1 盐酸标准溶液：按 GB/T 601 配成 $C(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 的溶液。

6.2.1.2 甲基橙溶液：用蒸馏水配成 0.1% 的溶液，贮存于棕色瓶中，有效期为 15d。

6.2.1.3 靛蓝二磺酸钠溶液：用蒸馏水配成 0.25% 的溶液，贮存于棕色瓶中，有效期为 15d。

6.2.2 试样溶液的准备

称取 0.02g 聚丙烯酰胺样品（称准至 0.1mg）至 250mL 烧杯中，加入 100mL 蒸馏水，在电磁搅拌器 300r/min 下搅拌 2h，待完全溶解后进行水解度的测定，未完全溶解的样品可适当延长搅拌时间。

6.2.3 测定步骤

6.2.3.1 用两支体积比为 1:1 的滴管向试样溶液中加入甲基橙和靛蓝二磺酸钠指示剂各一滴，试样溶液呈黄绿色。

6.2.3.2 使用微量滴定管，用盐酸标准溶液滴定试样溶液，溶液由黄绿色变为浅灰色即为滴定终点。记录消耗盐酸标准溶液的体积 V 。

6.2.3.3 用蒸馏水代替样品溶液重复 6.2.3.1 和 6.2.3.2 进行空白滴定，记录消耗盐酸标准溶液的体积 V_0 。

6.2.4 按式（1）计算水解度：

$$HD = \frac{c \times (V - V_0) \times 71}{1000ms - 23c \times (V - V_0)} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

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体积，mL；

V_0 —— 空白滴定所消耗的盐酸标准溶液的体积，mL；

m —— 称取试样的质量，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 1.00mL 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。

6.2.5 每个样品做三个平行样，每个测定值与算术平均值相对误差不大于 5.0%，取算术平均值为测定结果。测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 《数值修约规则》进行。

6.3 表观粘度

6.3.1 I 型聚丙烯酰胺表观粘度

6.3.1.1 取 25.00g 5.2.3 中盐水 I 配制的聚丙烯酰胺母液加入 100mL 烧杯中，加入 25.00g 盐水 I，在磁力搅拌器上以 300r/min 的转速搅拌 15min，得到 1500mg/L 的待测溶液。

6.3.1.2 将粘度计恒温水浴设定为 70℃，0[#] 转子与粘度计连接，将约 16mL 1500mg/L 的待测溶液移入测量筒中，恒温 10min，然后设定转速为 30r/min (36.7s⁻¹)，按粘度计使用说明书进行粘度测定。

6.3.1.3 每个聚丙烯酰胺母液应按 6.3.1.1~6.3.1.2 做三个平行样，每个测定值与算术平均值相对误差不大于 10%，取算术平均值做为测定结果。测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 《数值修约规则》进行。

6.3.2 II 型聚丙烯酰胺表观粘度

6.3.2.1 取 25.00g 5.2.3 中盐水 II 配制的聚丙烯酰胺母液加入 100mL 烧杯中，加入 25.00g 盐水 II，在磁力搅拌器上以 300r/min 的转速搅拌 15min，得到 1500mg/L 的待测溶液。

6.3.2.2 将粘度计恒温水浴设定为 80℃，0[#]转子与粘度计连接，将约 16mL 1500mg/L 的待测溶液移入测量筒中，恒温 10min，在 6r/min(7.34s⁻¹) 条件下按粘度计使用说明书测定溶液表观粘度。若粘度呈现持续上升的现象，则读取开始测定至剪切 1min 时的粘度值。

6.3.3.3 每个聚丙烯酰胺母液应按 6.3.2.1~6.3.2.2 做三个平行样，每个测定值与算术平均值相对误差不大于 10%，取算术平均值做为测定结果。测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 《数值修约规则》进行。

6.4 固含量

6.4.1 称量清洁干燥的称量瓶的质量，精确至 0.0001g，记作 W_1 。

6.4.2 在称量瓶中加入约 2g 聚丙烯酰胺试样，使试样均匀平铺于称量瓶中，精确至 0.0001g，记为 W_2 。

6.4.3 将 6.4.2 中装有试样的称量瓶置于恒温干燥箱中，120℃ 下恒温烘干 2h。

6.4.4 取出称量瓶，放入干燥器内，冷却 30min 后称量，精确至 0.0001g，记为 W_3 。

6.4.5 按式 (2) 计算固含量：

$$S = \frac{W_3 - W_1}{W_2 - W_1} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

S —— 固含量，%；

W_1 —— 称量瓶质量，g；

W_2 —— 烘干前（称量瓶+样品）质量，g；

W_3 —— 烘干后（称量瓶+样品）质量，g。

6.4.6 每个样品做三个平行样，每个测定值与算术平均值相对误差不大于 1%，取算术平均值为测定结果。测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 《数值修约规则》进行。

6.5 滤过比

6.5.1 取 5.2.3 中聚丙烯酰胺母液 120.00 g 加入 1000 mL 烧杯中，再加入 240.00 g 用 0.22 μm 滤膜过滤的盐水 I (II)，用磁力搅拌器在 400r/min 的转速下搅拌 15 min，得到 1000 mg/L 的待测溶液。

6.5.2 按仪器要求安装好滤过比测量装置。

6.5.3 将一张孔径为 10.0μm 的滤膜用 6.5.1 中的待测溶液润湿后，装入不锈钢滤膜夹持器中。将夹持器与过滤系统连接，并将整套系统与空压机连接。

6.5.4 关闭球阀，将 6.5.1 中溶液全部倒入滤筒中。

6.5.5 将上述系统维持在 0.2MPa 恒压状态，在滤器下方放置一分度值为 0.01g 的天平。

6.5.6 快速打开球阀，使少量带有气体的溶液排入另一容器中，其目的是为了排出球阀下端捕集的空气。当无气泡排出时即可使溶液流入天平上的烧杯中并记时，记录 100g、200g、300g 过滤液流过的时间，精确到 0.1s。

6.5.7 按式 (3) 计算滤过比：

$$F_R = \frac{t_3 - t_2}{t_2 - t_1} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

F_R —— 滤过比；

t_1 —— 溶液流过 100g 的时间，s；

t_2 —— 溶液流过 200g 的时间, s;

t_3 —— 溶液流过 300g 的时间, s。

6.5.8 注意事项: 试验结束时, 检查滤膜是否有裂缝和损坏或没有被润湿部分, 如有, 需要换上新的滤膜重复试验一次。对于滤过 300g 时间超过 4h 的样品判定滤过比大于 2.0。

6.5.9 每个样品做三个平行样, 每个测定值与算术平均值相对误差不大于 10%, 取算术平均值为测定结果。测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 《数值修约规则》进行。

6.6 溶解性

6.6.1 准确称取 (0.6/S) g I 型样品, 精确至 0.0001g。称取 (200-0.6/S) g 盐水 I 于 500mL 烧杯中。室温下启动恒速搅拌器在 400r/min 下沿旋涡壁 30s 内慢慢加入试样, 然后在搅拌速率为 700r/min 下搅拌 2h, 得到浓度为 3000mg/L 的聚丙烯酰胺母液。

6.6.2 用玻璃棒挑起母液, 用肉眼观察溶液是否均匀, 若溶液中无未充分溶解的胶团或颗粒, 则判断溶解时间 ≤ 2h。若有, 则结合 6.5 中滤过比判断, 当滤过比合格则判定溶解速度 ≤ 2h; 当滤过比不合格则判定溶解时间大于 2h。

6.6.3 II 型产品的溶解性检测用盐水 II 重复 6.6.1~6.6.2。

6.7 不溶物含量

6.7.1 用蒸馏水冲洗 25μm 不锈钢滤网, 放入干净的称量瓶中, 然后在 120℃ 恒温干燥箱中烘干 2h。

6.7.2 称取 2.5g 样品, 精确至 0.0001g, 记为 W_4 。称取 500g 浓度为 1000mg/L 的氯化钠盐水于 800mL 烧杯中, 开动恒速搅拌器在 400r/min 下沿旋涡壁 30s 内慢慢加入试样, 然后在搅拌速率为 700r/min 下搅拌 1h, 将溶液转移至玻璃瓶中, 密闭放置 24h 后测试。

6.7.3 称量清洁干燥的称量瓶与滤网质量, 精确至 0.0001g, 记为 W_5 。

6.7.4 将滤网装入不锈钢滤膜夹持器中并与滤筒连接。倒入 6.7.2 中配制的溶液, 在 0.2MPa 压力下过滤。用约 500mL 蒸馏水分 3 至 4 次冲洗烧杯、搅拌杆以及滤筒内壁, 将水继续过滤。

6.7.5 从夹持器中取出滤网, 放入 6.7.1 中的称量瓶中, 在 120℃ 恒温干燥箱中烘干 2h。

6.7.6 从恒温干燥箱中取出称量瓶和滤网, 放入干燥器中冷却 30min 后称量其质量, 精确至 0.0001g, 记为 W_6 。

6.7.7 按式 (4) 计算不溶物含量:

$$In = \frac{W_6 - W_5}{W_4} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

In —— 不溶物含量, %;

W_4 —— 样品质量, g;

W_5 —— (滤网+称量瓶) 质量, g;

W_6 —— (滤网+不溶物+称量瓶) 质量, g。

6.7.8 注意事项: 过滤聚合物溶液时, 在溶液快过滤完时, 适时关闭压力, 在剩余压力下过滤完毕, 防止压力大造成溶液穿透滤网。过滤冲洗用的蒸馏水时, 应先加压, 再关闭阀门, 在剩余压力下过滤即可。

6.7.9 每个样品做三个平行样, 每个测定值与算术平均值之差不大于 ±0.05%, 取算术平均值为测定结果。测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 《数值修约规则》进行。

6.8 剪切粘度保留率

6.8.1 将毛细管连接到 500mL 圆柱形不锈钢容器下部。

6.8.2 取 90.00g 5.2.3 中的聚丙烯酰胺母液加入 500mL 烧杯中, 加入 90.00g 盐水 I (II), 在磁力

搅拌器上以 300r/min 的转速搅拌 20min, 得到 1500mg/L 的待测溶液。按 6.3.1.2 测定在 6r/min 转速条件下溶液的表观粘度 (II 型产品按 6.3.2.2 测定溶液的表观粘度) 后, 装入不锈钢容器。

6.8.3 通过压力调节器将氮气瓶连接至容器顶部, 使容器达到 0.3MPa 压力并保持恒定。

6.8.4 完全打开容器下部的球阀使约 50mL 待测样品流入取样容器中后, 关闭球阀。

6.8.5 按 6.3.1.2 测量剪切过的溶液在 6r/min 转速条件下的表观粘度 (II 型产品按 6.3.2.3 测定溶液的表观粘度)。

6.8.6 注意事项: 不锈钢容器使用前一定要试压, 保证不漏。

6.8.7 按式 (5) 计算剪切粘度保留率:

$$\psi = \frac{\eta_{\text{后}}}{\eta_{\text{前}}} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

ψ —— 剪切粘度保留率, %;

$\eta_{\text{前}}$ —— 剪切前溶液粘度, mPa · s;

$\eta_{\text{后}}$ —— 剪切后溶液粘度, mPa · s。

6.8.8 每个样品做三个平行样, 取算术平均值报告结果。每个测定值与算术平均值的相对误差不大于 5%。测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 《数值修约规则》进行。

6.9 静吸附粘度保留率

6.9.1 取 50.00g 5.2.3 中的聚丙烯酰胺母液加入 500mL 烧杯中, 加入 50.00g 盐水 I (II), 在磁力搅拌器上以 300r/min 的转速搅拌 20min, 得到 1500mg/L 的待测溶液。

6.9.2 将上述待测样品按 6.3.1.2 测定表观粘度 (II 型产品按 6.3.2.2 测定溶液的表观粘度)。

6.9.3 将粒径范围在 0.3mm~0.7mm 的石英砂用蒸馏水清洗并在 105℃ 下烘干。

6.9.4 在 250mL 胶塞小口瓶中放入 25g 上述石英砂, 精确到 0.01g, 加入 75g 待测溶液, 精确至 0.01g, 使固液比为 1:3, 盖紧塞子, 用手摇匀, 竖放于恒温水浴振荡器中, 震荡频率为 120 次每分钟, 在 30℃ 下往复振荡 24h。

6.9.5 取出样品, 用离心机分离后, 取上部清液, 按 6.3.1.2 测定吸附后聚丙烯酰胺溶液的粘度 (II 型聚合物按 6.3.2.2 测定溶液的表观粘度)。

6.9.6 按式 (6) 计算静吸附粘度保留率:

$$\theta = \frac{\eta'_{\text{后}}}{\eta'_{\text{前}}} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

θ —— 静吸附粘度保留率, %;

$\eta'_{\text{前}}$ —— 吸附前溶液粘度, mPa · s;

$\eta'_{\text{后}}$ —— 吸附后溶液粘度, mPa · s。

6.9.7 注意事项: 与石英砂反应后的试液, 经过分离后, 一定要透明, 否则重复离心, 直到试液透明。

6.9.8 每个样品做三个平行样, 每个测定值与算术平均值的相对误差不大于 5%, 取算术平均值报告结果。测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 《数值修约规则》进行。

6.10 残余丙烯酰胺含量

6.10.1 残余丙烯酰胺单体提取物的制备

溶液 A: 将 1080mL 异丙醇与 900mL 去离子水混合后, 以移液管加入 20mL 乙醇, 混合均匀后置于玻璃容器中贮存。

溶液 B: 将 1480mL 异丙醇与 500mL 去离子水混合, 以移液管加入 20mL 乙醇, 混合均匀后置于玻璃容器中贮存。

溶液 C: 加 10mL 乙醇于容量瓶中, 以异丙醇稀释至 1000mL, 混合均匀后置于玻璃容器中贮存。

6.10.2 标样的制备

以蒸馏水溶解 1g 丙烯酰胺, 精确至 0.0001g, 并稀释至 100mL, 将 49mL 溶液 A 和 50mL 溶液 B 在 200mL 玻璃瓶中混合均匀, 并加入 1.0mL 上述丙烯酰胺溶液, 即制成含 0.01% 丙烯酰胺的标样溶液 (每次完成溶液 A 的配制, 都应制备新的标样)。

6.10.3 样品的制备

6.10.3.1 在小瓶中称取 (1.99~2.01) g 聚丙烯酰胺样品, 加入 10mL 溶液 A, 盖紧瓶盖剧烈摇动或搅拌 40min, 再加入 10mL 溶液 B 后搅动 40min。待溶液不具粘性时提取分析。

6.10.3.2 若溶液 B 不能使样品产生沉淀, 则应加入 10mL 溶液 C 代替溶液 B 重复进行上述操作, 剧烈振荡或搅拌 40min 即可。

6.10.4 色谱条件设定

检测波长: 220 nm;

色谱柱: C18 硅胶键合反相柱;

流速: 1mL/min;

淋洗液: 体积分数是 5% 的甲醇溶液。

6.10.5 按式 (7) 计算残余丙烯酰胺含量:

$$AM = \frac{0.001 \times A_1}{A_2} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

AM —— 残余丙烯酰胺含量, %;

A_1 —— 样品峰面积;

A_2 —— 标样峰面积。

6.10.6 每个样品做三个平行样, 取算术平均值测定结果。每个测定值与算术平均值之差不大于 ± 0.02%。测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 《数值修约规则》进行。

6.10.7 注意事项

6.10.7.1 避免柱子受到强烈振动。

6.10.7.2 不能直接在两种互不相溶的流动相间进行切换。如必须切换, 最好先用这两种流动相的等体积混合溶液处理色谱柱。

6.10.7.3 流动相系统应在 pH= (2.0~7.5) 间使用, 在该上、下限时使用也会对硅胶基质产生侵蚀。

6.10.7.4 不得在纯水系统条件下长期保存色谱柱, 推荐甲醇为色谱柱保存用剂。

6.10.7.5 色谱柱使用压力不得急剧变化, 最高使用压力应低于 25MPa。

6.10.7.6 色谱柱长期使用后, 应进行反方向冲洗以除去可能残存于前端的不溶粒子。

6.10.7.7 色谱柱可通过使用一系列升高或降低洗脱值的梯度溶剂来进行再生。柱子经甲醇/水(95/5, v/v) 溶液淋洗后, 再先后泵入甲醇、二氯甲烷进行淋洗, 每一步操作都使柱子达到平衡状态。最后按相反顺序重复操作一次。

6.11 颗粒含量

6.11.1 小于 0.15mm 颗粒含量

6.11.1.1 清洗并烘干筛盖、底盘和孔径为 0.15mm 的标准筛。

- 6.11.1.2 称底盘质量, 精确至 0.01g, 记作 W_7 。
- 6.11.1.3 将底盘和 0.15mm 标准筛放在振筛机上。
- 6.11.1.4 称约 100g 样品, 精确至 0.01g, 记作 W_8 , 放入 0.15mm 标准筛内。
- 6.11.1.5 盖上筛盖并固定在振筛机上。
- 6.11.1.6 启动振筛机, 振动 20min 后停止, 取下底盘。
- 6.11.1.7 称量装有筛出物的底盘质量, 精确至 0.01g, 记作 W_9 。
- 6.11.1.8 按式 (8) 计算粒径小于 0.15mm 颗粒含量:

$$\text{MIN} = \frac{W_9 - W_7}{W_8} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

MIN —— 粒径小于 0.15mm 颗粒含量, %;

W_7 —— 底盘的质量, g;

W_8 —— 样品的质量, g;

W_9 —— (底盘+筛出物) 的质量, g。

6.11.2 大于 1.0mm 颗粒含量

- 6.11.2.1 清洗并烘干筛盖、底盘和孔径为 1.0mm 的标准筛。
- 6.11.2.2 称底盘质量, 精确至 0.01g, 记作 W_{10} 。
- 6.11.2.3 将底盘和 1.0mm 标准筛放在振筛机上。
- 6.11.2.4 称约 100g 样品, 精确至 0.01g, 记作 W_{11} , 放入 1.0mm 标准筛内。
- 6.11.2.5 盖上筛盖并固定在振筛机上。
- 6.11.2.6 启动振筛机, 振动 20min 后停止, 取下底盘。
- 6.11.2.7 称量装有筛出物的底盘质量, 精确至 0.01g, 记作 W_{12} 。
- 6.11.2.8 按式 (9) 计算粒径大于 1.0mm 颗粒含量:

$$\text{MAX} = \frac{W_{11} - (W_{12} - W_{10})}{W_{11}} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

MAX —— 粒径大于 1.0mm 颗粒含量, %;

W_{10} —— 底盘的质量, g;

W_{11} —— 样品的质量, g;

W_{12} —— (底盘+筛出物) 的质量, g。

- 6.11.3 每个样品做三个平行样, 取算术平均值报告结果。每个测定值与算术平均值之差不大于 ±0.5%。测试结果的数值修约依据 GB/T 8170 《数值修约规则》进行。

6.12 热稳定性

- 6.12.1 取 100.00g 5.2.3 中的聚丙烯酰胺母液加入到 400mL 烧杯中, 加入 100.00g 盐水 I, 在磁力搅拌器上以 300r/min 的转速搅拌 20min, 得到 1500mg/L 的待测溶液。
- 6.12.2 将待测溶液按 6.3.1.2 测定表观粘度, 记录为 η_i 。
- 6.12.3 取 180mL 6.12.1 中的溶液分装到 3 个安瓿瓶中, 并将安瓿瓶连接在抽空管汇上。
- 6.12.4 将管汇连同安瓿瓶冷冻后放入冷阱中, 与抽空装置连接, 抽空至 13.3Pa 后, 室温下解冻。
- 6.12.5 重复 6.12.4 两次后, 向管汇和安瓿瓶中充入氮气, 当安瓿瓶中气压达到当日大气压后, 用火焰封割装置封口, 在 70℃ 烘箱中保存。
- 6.12.6 达到热老化时间后 (7 天和 1 个月) 后, 取出安瓿瓶按 6.3.1.2 测定表观粘度, 记录为 η_f 。
- 6.12.7 按式 (10) 计算粘度保留率:

$$N = \frac{\eta_f}{\eta_i} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中:

- N —— 粘度保留率, %;
 η_i —— 热老化前试样表观粘度, mPa·s;
 η_f —— 热老化后试样表观粘度, mPa·s。

6.12.8 用盐水II代替盐水I, 实验温度 80℃代替 70℃, 转速设定为 6r/min(7.34s⁻¹), 重复 6.12.1~6.12.7, 即可测试并得到II型驱油用聚丙烯酰胺产品的热稳定性结果。

6.13 特性粘数

6.13.1 溶液配制步骤

6.13.1.1 缓冲溶液

取 1 L 容量瓶, 加入 1.335g 一水合柠檬酸、26.600g 磷酸氢二钠和 116.900g 氯化钠, 用蒸馏水定容。

6.13.1.2 空白溶液

将上述缓冲溶液用蒸馏水稀释一倍。

6.13.1.3 聚丙烯酰胺母液

准确称取 (0.2/S) g 样品 (S为固含量), 精确至 0.0001g。称取 (200-0.2/S) g 蒸馏水于 500mL 烧杯中, 开动恒速搅拌器在 400r/min 下沿旋涡壁 30s 内慢慢加入试样, 继续在此转速下搅拌 2h 后, 得到 1000mg/L 溶液, 常温密闭放置 24h。

6.13.1.4 待测溶液

准确称取 6.13.1.3 中的聚丙烯酰胺母液 25.00g 于 50mL 容量瓶中, 加入缓冲溶液至刻度线, 混合均匀, 此时溶液浓度分别为 500mg/L, 记为 C_0 , 再用 G_0 磨砂漏斗过滤。

6.13.2 测定步骤

6.13.2.1 将恒温玻璃水浴的温度调节在 30℃。用恒速搅拌器搅拌, 保持整个水浴温度均匀。

6.13.2.2 在稀释型乌氏粘度计 (见图 1) 的管 2、管 3 的管口上接上乳胶管。将粘度计垂直固定在恒温水浴中, 水面应高过缓冲球 2cm。

6.13.2.3 用移液管移取 10mL 6.13.1.2 中的空白溶液由管 1 加入粘度计中, 应使移液管口对准管 1 的中心, 避免溶液挂在管壁上。待溶液自然流下后, 静止 10s, 使移液管中溶液完全流入粘度计。恒温 10min。

6.13.2.4 紧闭管 3 上的乳胶管, 经管 2 慢慢用注射器将溶液抽入球 6, 待溶液升至球 4 一半时, 取下注射器, 放开管 3 上的乳胶管, 让溶液自由下落。

6.13.2.5 当溶液下降至刻度线 5 时, 启动秒表, 至刻度线 7 时停止秒表, 记录时间。启动和停止秒表的时刻, 应是溶液弯月面的最低点与刻度线相切的瞬间, 观察时应平视。

6.13.2.6 按 6.13.2.4~6.13.2.5 重复测定三次, 各次流经时间的差值应不超过 0.2s。取三次测定结果的算术平均值为该溶液的流经时间 t_0 。

6.13.2.7 用移液管吸取 10mL 6.13.1.4 中的待测溶液, 按 6.13.2.3~6.13.2.6 测得试样溶液浓度为 C_0 时的流经时间, 记为 t_1 。

6.13.2.8 用移液管吸取 5.00mL 6.13.1.2 中的空白溶液, 由管 1 加入粘度计。紧闭 3 上的乳胶管, 用洗耳球从管 2 打气鼓泡 3~5 次, 使之与原来的 10mL 溶液混合均匀。并使溶液吸上、压下三次以上。此时溶液的浓度为 $2/3C_0$ 。按 6.13.2.3~6.13.2.6 测得流经时间 t_2 。

6.13.2.9 按 6.13.2.8 再依次加入 5.00mL, 10.00mL, 10.00mL 6.13.1.2 中的空白溶液, 分别测得浓度为 $1/2C_0$, $1/3C_0$, $1/4C_0$ 时的流经时间 t_3 , t_4 和 t_5 。

6.13.3 测试注意事项

在使用粘度计前后以及在测定过程中出现读数相差大于 0.2s 又无其他原因时,应按如下步骤清洗粘度计: a. 自来水冲洗; b. 铬酸洗液清洗; c. 蒸馏水清洗。将洗净的粘度计置于烘箱内干燥。

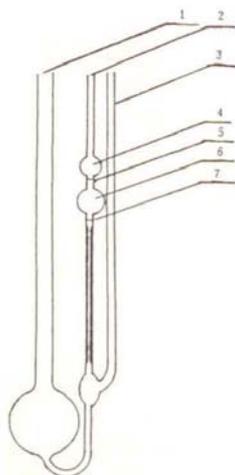


图 1 稀释型乌氏粘度计

1—注液管; 2—测量毛细管; 3—气悬管; 4—缓冲球; 5—上刻线; 6—定量球; 7—下刻线

6.13.4 结果表示

6.13.4.1 按式 (11) 计算试样溶液的相对粘度:

$$\eta_r = \frac{t_n}{t_0} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

η_r —— 相对粘度;

t_0 —— 空白溶液流经时间, s;

t_n —— 不同浓度试样溶液流经时间, s。 $n=1, 2, 3, 4, \dots\dots$

6.13.4.2 按式 (12) 计算试样溶液的增比粘度

$$\eta_{sp} = \frac{t_n - t_0}{t_0} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

η_{sp} —— 增比粘度;

t_0 —— 空白溶液流经时间, s;

t_n —— 不同浓度试样溶液流经时间, s。 $n=1, 2, 3, 4, \dots\dots$

6.13.4.3 按式 (13) 计算试样溶液的相对浓度

$$c_r = \frac{c_n}{c_0} \dots\dots\dots (13)$$

式中:

c_0 —— 初始粘度, mg/L;

c_n —— 各点的试剂粘度, mg/L; $n=2, 3, 4, 5, \dots\dots$

C_r —— 相对浓度（各点的实际浓度与初始浓度 C_0 的比值），分别为 1、2/3、1/2、1/3、和 1/4。

6.13.4.4 用 t_0, t_1, t_2, t_3, t_4 和 t_5 按式 (11) (12) (13) 分别计算出各浓度下的 η_r ，和 η_{sp} ；由相应的相对浓度，分别计算各点的 η_{sp}/C_r 和 $\ln \eta_r/C_r$ 。将计算结果带入表 2。

6.13.4.5 以 C_r 为横坐标，分别以 η_{sp}/C_r 和 $\ln \eta_r/C_r$ 为纵坐标作图。通过两组各点作直线外推至 $C=0$ ，求得截距 H 。若两组直线不能在纵轴上交于一点，则取两截距的平均值。

6.13.4.6 按式 (14) 计算特性粘数

$$[\eta] = \frac{H}{c_0} \dots\dots\dots (14)$$

式中：

$[\eta]$ —— 特性粘数，mL/g

H —— 截距；

c_0 —— 初始浓度，mg/L。

表 2

C_r	流经时间, s				η_r	η_{sp}	η_{sp}/c_r	$\ln \eta_r / C_r$
	1	2	3	平均值				
1								
2/3								
1/2								
1/3								
1/4								

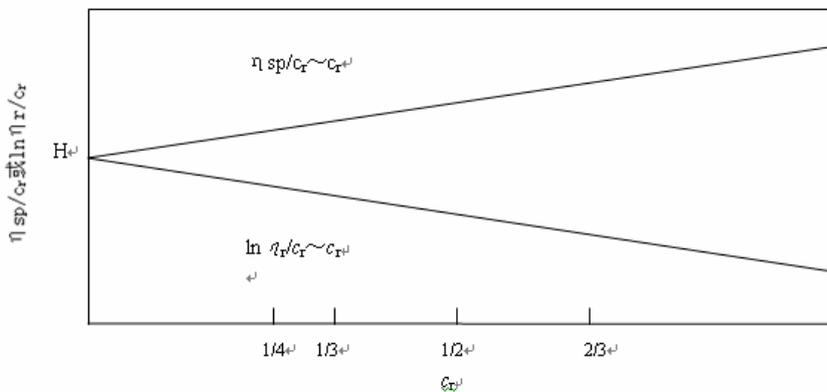


图2 η_{sp}/c_r 或 $\ln \eta_r/c_r$ 与 c_r 关系

6.13.4.7 对于不含添加剂的聚丙烯酰胺，已知特性粘数可用下式计算分子量。

$$M = 802[\eta]^{1.25} \dots\dots\dots (15)$$

式中：

M —— 分子量

$[\eta]$ —— 特性粘数，mL/g

6.14 界面复合粘弹模量和界面弹性模量

6.14.1 聚丙烯酰胺溶液：准确称取 $(0.3/S)$ g 样品 (S 为固含量)，精确至 0.0001g。称取 $(200-0.3/S)$ g 蒸馏水于 500mL 烧杯中，开动恒速搅拌器在 (400 ± 20) r/min 下沿旋涡壁 30s 内慢慢加入试样，然后在搅拌速率为 (700 ± 20) r/min 下搅拌 1h，所得溶液浓度为 1500mg/L，常温密闭放置 24h 后测试。

6.14.2 将恒温水浴设定为 50℃，将待测溶液移入测量槽中，恒温 60min，设定仪器振荡频率为 0.1Hz，

放大倍数为 10.0，取干燥洁净的注射器，吸入适量正十二烷，排除气泡，按界面粘弹张力仪使用说明进行界面复合粘弹模量和界面弹性模量测定。

6.14.3 每个样品做三个平行样，每个测定值与算术平均值相对误差不大于5.0%，取算术平均值为测定结果。测试结果的数值修约依据GB/T 8170 《数值修约规则》进行。

7 检验规则

7.1 抽样方法

7.1.1 聚丙烯酰胺按批检验，每供货一次的产品为一批。

7.1.2 按 GB/T 6679—2003 中 3.2.3.2 确定采集的样品数，采样点按产品堆积的几何形状，在上、中、下各截面随机布点，抽取有代表性的样品。

7.1.3 将抽到的样品充分混合后，等量分装于两个清洁、干燥的瓶或塑料带中，密封并贴上标签。标签上应注明样品名称、生产单位、样品型号、抽样日期、抽样地点和抽样人。一瓶（袋）作质量检验，另一瓶（袋）作为留样，留样期为三个月。

7.2 结果判定

产品检测结果中若有一项指标不符合本标准要求时，则判该批产品质量不合格。

7.3 仲裁

当供需双方对产品质量检测结果有争议时，由双方共同选定仲裁机构，依据本标准取留样进行仲裁检测。

8 标志、包装、质量检验单、使用说明书、运输、贮存

8.1 标志

外包装应有牢固清晰的标志，标明产品名称、规格型号、净质量、批号、生产日期、保质期、执行标准编号、生产企业名称和地址，并附有符合GB 191《包装储运图示标志》规定的“怕雨”“怕晒”标志。

8.2 包装

产品外包装内层用足够强度的聚乙烯塑料袋，外层用聚丙烯牛皮纸复合袋（或其它能满足运输和储存要求的外层包装）。每袋净含量误差不大于 1%。但在每批产品中任意抽检 50 袋，其净含量平均值不应少于其标示的净含量。

8.3 质量检验单

交付的每批产品应附有产品质量检验单，其内容应符合表1的要求。

8.4 使用说明书

8.4.1 每批产品均应附有使用说明书。

8.4.2 使用说明书应包括以下内容：

- 产品名称及生产企业名称；
- 产品所执行的标准编号和生产许可证号；
- 主要用途及适用范围；
- 使用环境条件；
- 涉及安全环保的有关注意事项、防护措施和紧急处理办法等内容；
- 贮存条件，贮存、运输及使用中注意事项；
- 产品有效期。

8.5 运输

产品在运输过程中应避免受潮、破损。

8.6 贮存

产品应贮存在通风、干燥的仓库内，不得与酸、碱等化学物品接触。

9 安全环保要求

操作时应使用防护用品，当聚丙烯酰胺产品溶液落入到眼睛、皮肤时，用大量清水及时冲洗或医治。聚丙烯酰胺产品洒落到地下，应及时清理。产品遇水较滑，应注意防滑。
