

前 言

聚丙烯酰胺是分离和沉降水中悬浮性粒子的絮凝剂。

本标准的制定和实施,对于推广聚丙烯酰胺在饮用水和污水处理中的应用有着重要的意义。

本标准在制定中,主要考虑了使用需要,参考了有关生产厂的质量数据并进行了大量的验证试验。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准起草单位:中国市政工程西北设计研究院、甘肃白银公司选矿药剂厂、上海创新酰胺厂、山东省淄博石油化工厂。

本标准主要起草人:裘本昌、刘淑华、杨大揆、唐明宝、乔昌明。

中国水网

WWW.H2O-CHINA.COM

1 范围

本标准规定了水处理剂聚丙烯酰胺的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于非离子型和阴离子型的固体及胶体聚丙烯酰胺。

该产品主要用作饮用水、污水处理的絮凝剂。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191-1990 包装储运图示标志

GB/T 601-1988 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T 603-1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备（neq ISO 6353-1: 1982）

GB/T 1250-1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 4946-1985 气相色谱法术语

GB/T 6003-1985 试验筛

GB/T 6678-1986 化工产品采样总则

GB/T 6682-1992 分析实验室用水规格和试验方法（eqv ISO 3696: 1987）

3 要求

3.1 外观：固体聚丙烯酰胺为白色或微黄色颗粒或粉末；胶体聚丙烯酰胺为无色或微黄色透明胶体。

3.2 分子量：根据用户要求提供，与标称值的相对偏差不大于10%。

3.3 水解度：与标称值的绝对差值不大于2%。或根据用户要求提供。非离子型产品，水解度不大于5%。

3.4 水处理剂聚丙烯酰胺还应符合表1要求。

表 1

项 目	指 标		
	饮用水用	污水处理用	
	优等品	一等品	合格品
固含量 (固体), %	≥ 90.0	90.0	87.0
丙烯酰胺单体含量 (干基), %	≤ 0.05	0.10	0.20
溶解时间 (阴离子型), min	≤ 60	90	120
溶解时间 (非离子型), min	≤ 90	150	240
筛余物 (1.00mm 筛网), %	≤ 5	10	10
筛余物 (180 μ m 筛网), %	≥ 85	80	80
注: 1 胶体聚丙烯酰胺的固含量应不小于标称值。 2 用户对产品粒度有特殊要求时, 可另订协议。			

4 试验方法

本标准所用试剂和水, 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。

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/T 601、GB/T 603 的规定制备。

4.1 分子量的测定

4.1.1 方法提要

使用 85 g/L 的硝酸钠溶液将试样配制成稀溶液。用乌氏粘度计测定其极限粘数, 按经验公式计算试样的分子量。

4.1.2 试剂和溶液

4.1.2.1 硝酸钠溶液: 85 g/L。

4.1.3 仪器、设备

4.1.3.1 乌氏粘度计 (如图 1): 毛细管内长 0.55mm ($\pm 2\%$), $30^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 时, 85 g/L 硝酸钠溶液流过计时标线 E、F 的时间在 100 ~ 130s 之间。

4.1.3.2 恒温水浴: 可控制 $30^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

4.1.3.3 秒表: 分度值 0.1s。

4.1.3.4 耐酸滤过漏斗: G_3 , 40mL。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 硝酸钠溶液流出时间的测定

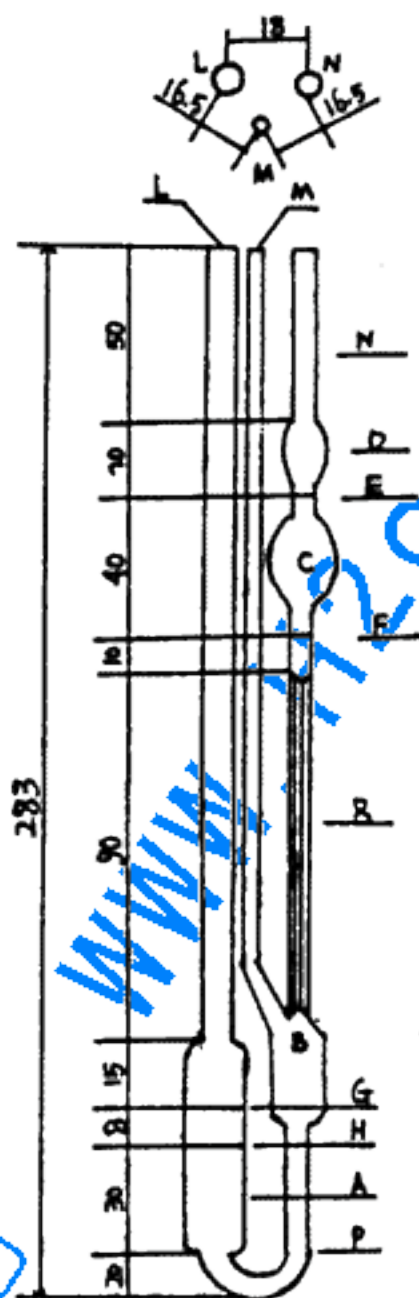
将洁净、干燥的乌氏粘度计垂直置于 $30^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中, 使 D 球全部浸没在水面下。将经过 G_3 耐酸滤过漏斗过滤的硝酸钠溶液加入到乌氏粘度计的充装标线 G、H 之间为止, 恒温 10 ~ 15min。将 M 管套一胶管, 用夹子夹住。用洗耳球将硝酸钠溶液吸入到 D 球一半。取下洗耳球, 开启 M 管。用秒表测量硝酸钠溶液流过计时标线 E、F 的时间。重复测定三次, 误差不超过 0.2s, 取其平均值 t_0 。

4.1.4.2 试液的制备

用已知质量的干燥的 50mL 烧杯称取约 0.03g 固体试样或相当量的胶体试样，精确至 0.0002g。用浓度为 85g/L 的硝酸钠溶液溶解。全部转移到 100mL 容量瓶中，用浓度为 85g/L 的硝酸钠溶液稀释至刻度，摇匀。

4.1.4.3 测定

按 4.1.4.1 条硝酸钠溶液流出时间测定的手续，测定试液的流出时间 t_1 。



- A - 低部贮球，外径 26mm；B - 悬浮水平球；C - 计时球，容积 3.0mL ($\pm 0.5\%$)；D - 上部贮球；
E、F - 计时标线；G、H - 充装标线；I - 加量管，外径 11mm；M - 下部出口管，外径 6mm；
N - 上部出口管，外径 7mm；P - 连接管，内径 6.0mm ($\pm 5\%$)；R - 工作毛细管，
内径 0.50mm ($\pm 2\%$)

图 1 乌氏粘度计

4.1.5 分析结果的表述

以 dL/g 表示的极限粘度 $[\eta]$ 按式 (1) 计算：

$$[\eta] = \frac{\sqrt{2(\eta_{sp} - 1n\eta_r)}}{c}$$

$$= \frac{\sqrt{2[(t_1/t_0 - 1) - 1n(t_1/t_0)]}}{m \cdot x_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中： η_{sp} ——增比粘度， $\eta_{sp} = \frac{t_1 - t_0}{t_0}$ ；

η_r ——相对粘度， $\eta_r = \frac{t_1}{t_0}$ ；

c ——试液浓度，g/dL；

t_1 ——试液流过粘度计计时标线 E、F 的时间，s；

t_0 ——硝酸钠溶液流过粘度计计时标线 E、F 的时间，s；

m ——试料质量，g；

x_1 ——4.3 条测得的固含量，%。

分子量 (M) 按式 (2) 计算：

$$[\eta] = K \cdot M^\alpha \dots\dots\dots (2)$$

式中： $[\eta]$ ——极限粘数，dL/g；

K, α ——经验常数，依水解度的不同采用表 2 中的数值。

表 2

水解度，%	K	α
0	3.73×10^{-4}	0.66
5	3.36×10^{-4}	0.68
10	3.22×10^{-4}	0.692
15	3.15×10^{-4}	0.70
20	3.17×10^{-4}	0.705
25	3.20×10^{-4}	0.707
30	3.34×10^{-4}	0.708

4.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的相对偏差不大于 5%。

4.2 水解度的测定

4.2.1 方法提要

以甲基橙 - 靛蓝二磺酸钠为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定。

4.2.2 试剂和溶液

4.2.2.1 盐酸标准滴定溶液： $c(HCl)$ 约 0.1mol/L。

4.2.2.2 甲基橙溶液：1g/L。

4.2.2.3 靛蓝二磺酸钠溶液：2.5g/L，使用期 10 天。

4.2.3 分析步骤

将盛有 100mL 水的 250mL 锥形瓶置于电磁搅拌器上，放入搅拌子，开动搅拌。称取约 0.03g 粉状试样，精确至 0.0002g。加入到锥形瓶中，使其完全溶解。

或称取相当量的胶状试样，精确至 0.0002g，加水溶解，全部转移至 250mL 锥形瓶中，加水至 100mL。

加 1 滴甲基橙指示液、1 滴靛蓝二磺酸钠指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定。溶液由黄

绿色变为浅灰色即为终点。

4.2.4 分析结果的表述

以百分数表示的水解度 (H) 按式 (3) 计算:

$$H = \frac{cV \times 0.071}{mx_1 - 0.023cV} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: c——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V——滴定中消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

m——试料质量, g;

x₁——4.3 条测得的固含量, %;

0.071——与 1.00mL 盐酸溶液 [c (HCl) = 1.000mol/L] 相当的以克表示的丙烯酰胺键节的质量;

0.023——丙烯酸钠与丙烯酰胺毫摩尔质量之差值。

4.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 1%。

4.3 固含量的测定

4.3.1 方法提要

使用真空干燥箱, 减压下干燥试样, 根据干燥前后的试样质量计算固含量。

4.3.2 仪器、设备

一般实验室仪器和

4.3.2.1 真空干燥箱: 温度可控制在 105℃ ± 2℃。

4.3.2.2 称量瓶: φ40mm × 30mm。

4.3.3 分析步骤

使用预先于 105℃ ± 2℃ 下干燥恒重的称量瓶称取约 1g 试样, 精确至 0.0002g, 置于真空干燥箱中。在 105℃ ± 2℃, 表压约 -0.095MPa 下干燥 4h。取出后置于干燥器中冷却至室温, 称量, 直至恒重。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的固含量 (x₁) 按式 (4) 计算:

$$x_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: m₁——干燥后试料与称量瓶质量, g;

m₀——称量瓶质量, g;

m——试料质量, g。

4.3.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值, 固体产品不大于 0.5%, 胶体产品不大于 0.3%。

4.4 丙烯酰胺单体含量的测定

4.4.1 方法提要

用规定体积和浓度的甲醇 - 水溶液浸取聚丙烯酰胺至平衡, 用气相色谱法测定浸取液中丙烯酰胺色谱峰面积。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 甲醇。

4.4.2.2 甲醇-水混合溶剂:体积比 8:2。

4.4.2.3 氮气:纯度 99.99%。

4.4.2.4 载体:Chromosorb W-HP 型, 粒度 180~250 μ m。

4.4.2.5 固定液:聚乙二醇, 分子量 20000。

4.4.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

4.4.3.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器, 敏感度小于或等于 1×10^{-10} g/s。

4.4.3.2 进样器:2 μ L 或 5 μ L 微量注射器。

4.4.3.3 色谱柱:长 2m, 内径 3mm 的不锈钢柱, 装填表面涂有与其质量比为 20% 聚乙二醇固定液的 Chromosorb W-HP 载体。使用前该色谱柱需在 175~180 $^{\circ}$ C, 以 20mL/min 的氮气流老化处理 12h 以上。

4.4.3.4 记录仪:满标量程 5mV。

4.4.4 试液的制备

4.4.4.1 粉状聚丙烯酰胺试液

在干燥的 100mL 具塞磨口锥形瓶中称取 2.9~3.1g 试样, 准确至 0.0002g, 用移液管移取 30mL 混合溶剂置于其中, 盖好瓶塞。

摇动锥形瓶, 使试样分散均匀, 在室温下放置 20h。然后将锥形瓶妥善地固定在康氏振荡器上, 勿使瓶塞松动, 于室温下振荡 4h。静置后取上层清液作为试样溶液。

注:除用康氏振荡器外, 也可以用电磁搅拌器, 以能将试样搅动为宜。

4.4.4.2 胶状聚丙烯酰胺试液

在干燥的 250mL 具塞磨口锥形瓶中称取 9~11g 试样, 准确至 0.0002g。加入相当于试样含水体积 4 倍的甲醇。盖好瓶塞, 按 4.4.4.1 条操作。

4.4.5 分析步骤

4.4.5.1 调整仪器

气化室温度:230 $^{\circ}$ C。

柱温:165 $^{\circ}$ C。

检测器温度:230~240 $^{\circ}$ C。

气体流速:氮气流速 20mL/min; 氢气流速 50mL/min; 空气流速 550mL/min。

柱前压:约 0.16MPa。

记录仪走纸速度:根据要求和色谱峰宽窄适当选择。

4.4.5.2 校准

4.4.5.2.1 外标法

按 GB/T 4946 中的 5.1.5 条进行。

4.4.5.2.2 丙烯酰胺标准样品的制备。

将工业品或化学纯的固体丙烯酰胺经二次重结晶处理, 即得含量为 99% 的丙烯酰胺标准样品。

4.4.5.2.3 丙烯酰胺标准溶液的配制

称取 $0.1000\text{g} \pm 0.0001\text{g}$ 丙烯酰胺置于 100mL 烧杯中, 加入约 15mL 混合溶剂溶解。全部转移到 50mL 容量瓶中, 用混合溶剂稀释至刻度, 得到含量为 2.00mg/mL 的丙烯酰胺标准溶

液。

用移液管分别吸取 5mL、10mL 含量为 2.00mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液置于 20mL 容量瓶中，用混合溶剂稀释至刻度，得到含量为 0.50mg/mL 及 1.00mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液。

用移液管吸取 5mL 含量为 2.00mg/mL 丙烯酰胺标准溶液置于 50mL 容量瓶中，用混合溶剂稀释至刻度，得到含量为 0.20mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液。

用移液管吸取 1、2、5、10mL 含量 0.20mg/mL 丙烯酰胺标准溶液，分别加到 4 个 20mL 容量瓶中，用混合溶剂稀释至刻度，得到含量分别为 0.01、0.02、0.05、0.10mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液。

4.4.5.2.4 工作曲线的绘制

按 4.4.5.1 条调节色谱仪使之稳定一段时间，待记录仪基线呈直线后，用微量注射器分别吸取含量为 0.01、0.02、0.05、0.10、0.20、0.50、1.00、2.00mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液各 2 μ L 注入气相色谱仪内，并适当调节衰减，使色谱峰在记录纸上处于适当位置。

根据记录仪记录的不同丙烯酰胺标准溶液的色谱峰大小计算面积。

在双对数坐标纸上，以各丙烯酰胺标准溶液的浓度为横坐标，以相应的色谱峰面积为纵坐标，绘制工作曲线。该工作曲线可绘制两条：由丙烯酰胺含量等于和小于 0.20mg/mL 的各点对应各色谱峰面积作图得一直线；由丙烯酰胺含量大于 0.10mg/mL 的各点对应各色谱峰面积作图得另一直线。

4.4.5.3 测定

在 4.4.5.1 条的条件下，吸取 2 μ L 试液注入气相色谱仪内，得到相应的色谱峰。

根据记录得到的试液中丙烯酰胺的色谱峰大小计算面积。

由色谱峰面积，在工作曲线上查得对应的丙烯酰胺含量。

4.4.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的丙烯酰胺单体含量 (x_2) 按式 (5) 计算：

$$x_2 = \frac{\alpha V}{m x_1 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中： α ——由工作曲线查得的丙烯酰胺含量，mg/mL；

m ——试料质量，g；

x_1 ——4.3 条测得的试样的固含量，%；

V ——试液中甲醇与水的体积之和，mL。

4.4.7 允许差

取三次平行测定结果的算术平均值为测定结果。单个测定值与算术平均值的相对偏差应不大于 20%。

4.5 溶解时间的测定

4.5.1 方法提要

随着试样的不断溶解，溶液的电导值不断增大。全部溶解后，电导值恒定。一定量的试样在一定量水中溶解时，电导值达到恒定所需时间，为试样的溶解时间。

4.5.2 仪器、设备

4.5.2.1 电导仪：测量范围 (0 ~ 10⁵) $\mu\Omega$ /cm，配有记录仪，量程 4mV。

4.5.2.2 恒温槽：温度可控制 30 $^{\circ}$ C \pm 1 $^{\circ}$ C。

4.5.2.3 电磁搅拌器：具有加热和控温装置，配有长度为 3cm 的搅拌子。

4.5.3 分析步骤

将盛有 100mL 水和搅拌子的 200mL 烧杯放入电磁搅拌器上的恒温槽中。将电导仪的电极插入烧杯，与烧杯壁距离 5~10mm，与搅拌子距离约 5mm。开动电磁搅拌，调节液面旋涡深度约 20mm。打开加热装置，使恒温槽温度升至 $30^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ，恒温 10~15min。调节记录纸线速度，选择电导仪量程。

称取 $0.040\text{g} \pm 0.002\text{g}$ 试样，由旋涡上部加入至烧杯中。

当记录仪指示的电导值 3min 内无变化时，停止试验。

4.5.4 分析结果的表述

从加入试样至电导值开始恒定的时间为溶解时间。

以 min 表示的溶解时间由记录仪的走纸长度换算。

4.5.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 5min。

4.6 筛余物的测定

4.6.1 方法提要

将一定量的试样置于试验筛中，在振筛机上筛分一定时间，计算不同筛网的筛余物。

4.6.2 仪器、设备

4.6.2.1 试验筛：符合 GB/T 6003 的规定，规格： $\phi 200\text{mm} \times 50\text{mm}$ ，配有 1.00mm 筛网的筛盘、 $180\mu\text{m}$ 筛网的筛盘以及筛盖、底盘。

4.6.2.2 振筛机：偏心频率每分钟约 350 次。

4.6.3 分析步骤

将已经称量过的底盘、 $180\mu\text{m}$ 筛网的筛盘、1.00mm 筛网的筛盘由下至上依次安装好。

称取约 200g 试样，精确至 1g，置于最上层试验筛中，盖好筛盖，固定在振筛机上。启动振筛机筛分 20min。

振筛结束，仔细地自上而下逐一分开筛堆，迅速称量载有筛留物的每个试验筛和载有筛出物的底盘（精确至 1g）。

4.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的 1.00mm 筛网筛余物 (x_3) 按式 (6) 计算：

$$x_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中： m_2 ——1.00mm 筛网的筛盘及物料的质量，g；

m_1 ——1.00mm 筛网的筛盘质量，g；

m ——试料质量，g。

以质量百分数表示的 $180\mu\text{m}$ 筛网筛余物 (x_4) 按式 (7) 计算：

$$x_4 = \frac{m_4 - m_3}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中： m_4 —— $180\mu\text{m}$ 筛网的筛盘及物料的质量，g；

m_3 —— $180\mu\text{m}$ 筛网的筛盘质量，g；

m ——试料质量，g。

4.6.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 2%。

5 检验规则

- 5.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目，应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定逐批检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。
- 5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。
- 5.3 固体产品每批不超过 1t，胶体产品以每釜为一批。
- 5.4 按 GB/T 6678 - 1986 第 6.6 条规定确定采样单元数。
- 固体产品采样时，用采样器垂直插入至料层深度 3/4 处采样。用四分法将所采样品缩分至不少于 200g；胶体样品采样时，用玻璃管或聚乙烯塑料管插入至桶深的 2/3 处采样，总量不少于 200mL。分装入两个清洁、干燥、带磨口塞的广口瓶中，密封。瓶上贴标签，注明：生产厂名、产品名称、型号、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存三个月备查。
- 5.5 检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装单元中采样核验。核验结果有一项不符合本标准要求时，整批产品不能验收。
- 5.6 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。
- 5.7 当供需双方对产品质量发生异议时，按照《中华人民共和国质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

- 6.1 水处理剂聚丙烯酰胺的包装上应涂刷牢固的标志，内容包括：生产厂名、产品名称、型号、等级、商标、批号或生产日期、净重、厂址以及 GB 191 规定的标志 4 “怕热”和标志 7 “怕湿”。
- 6.2 每批出厂的水处理剂聚丙烯酰胺应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、产品名称、型号、等级、分子量批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。
- 6.3 水处理剂聚丙烯酰胺（固体）采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，厚度不小于 0.1mm，包装时，用维尼龙绳或质量相当的绳扎口。外包装采用聚丙烯塑料编织袋或木桶、铁桶，其性能和检验方法应符合有关规定。每袋（桶）净重 25kg 或 50kg，或根据用户要求确定。
- 胶体聚丙烯酰胺采用聚乙烯塑料桶包装，每桶净重 25kg；或用内衬聚乙烯塑料薄膜袋的铁桶包装，每桶净重 50kg 或 200kg。
- 6.4 运输时应使用有篷的工具，严防雨淋、曝晒。贮存在阴凉、通风干燥的库房内。
- 6.5 水处理剂聚丙烯酰胺的贮存期，固体为二年，胶体为六个月。