



中华人民共和国国家标准

GB/T 31246—2014

水处理剂 阳离子型聚丙烯酰胺的 技术条件和试验方法

Water treatment chemicals—Technical specification and test method of
cationic polyacrylamides

2014-12-05 发布

2015-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准负责起草单位：中海油天津化工研究设计院、重庆大学、北京恒聚化工集团有限责任公司、安徽天润化学工业股份有限公司、山东宝莫生物化工股份有限公司、爱森(中国)絮凝剂有限公司、广东慧信环保有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院燕山分院、嘉善海峡净水灵化工有限公司、常州科威天使环保科技有限公司、中卫市江沅水务科技有限责任公司。

本标准主要起草人：朱传俊、郑怀礼、郭文礼、刘彭城、端木勉、凌静、蒋志飞、郦和生、沈烈翔、侯群锋、王英。

水处理剂 阳离子型聚丙烯酰胺的 技术条件和试验方法

警告——本标准所使用的强酸具有腐蚀性,使用时应避免吸入或接触皮肤。溅到身上应立即用大量水冲洗,严重时应立即就医。

1 范围

本标准规定了阳离子型聚丙烯酰胺的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于水处理剂用阳离子型聚丙烯酰胺产品,该产品主要用作工业用水、废水和污水处理及污泥脱水处理的絮凝。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

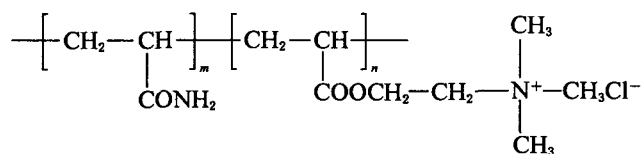
GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 结构式



4 要求

4.1 外观

水处理剂阳离子型聚丙烯酰胺为白色或微黄色颗粒或粉末。

4.2 相对分子质量

根据用户要求提供,与标称值的相对偏差不大于10%。

4.3 阳离子度

根据用户要求提供,与标称值的绝对差值不大于3%。

4.4 指标要求

水处理剂阳离子型聚丙烯酰胺按相应的试验方法测定,应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标	试验方法
相对分子质量, M	$M \geq 100 \times 10^4$	5.2
阳离子度, $w/\%$	$5.0 \leq w \leq 95.0$	5.3
固含量, $w_1/\%$	$w_1 \geq 88.0$	5.4
丙烯酰胺单体含量(干基), $w_2/\%$	$w_2 \leq 0.10$	5.5
溶解时间(1 g/L), t/min	$t \leq 60$	5.6
水不溶物, $w_3/\%$	$w_3 \leq 0.30$	5.7
筛余物(1.40 mm 筛网), $w_4/\%$	$w_4 \leq 5$	5.8
筛余物(180 μm 筛网), $w_5/\%$	$w_5 \geq 85$	5.8
硫酸盐(SO_4)含量, $w_6/(\text{g/g})$	$w_6 \leq 0.05$	5.9
氯化物(Cl)含量, $w_7/(\text{g/g})$	$w_7 \leq 0.05$	5.10

5 试验方法

5.1 通则

本标准所用试剂和水,除非另有规定,仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规格。

试验中所需标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.2 相对分子质量的测定

5.2.1 方法提要

使用 58.5 g/L 的氯化钠溶液将试样配制成稀溶液,用乌氏粘度计测定其特性黏度。按经验公式计算其分子量。

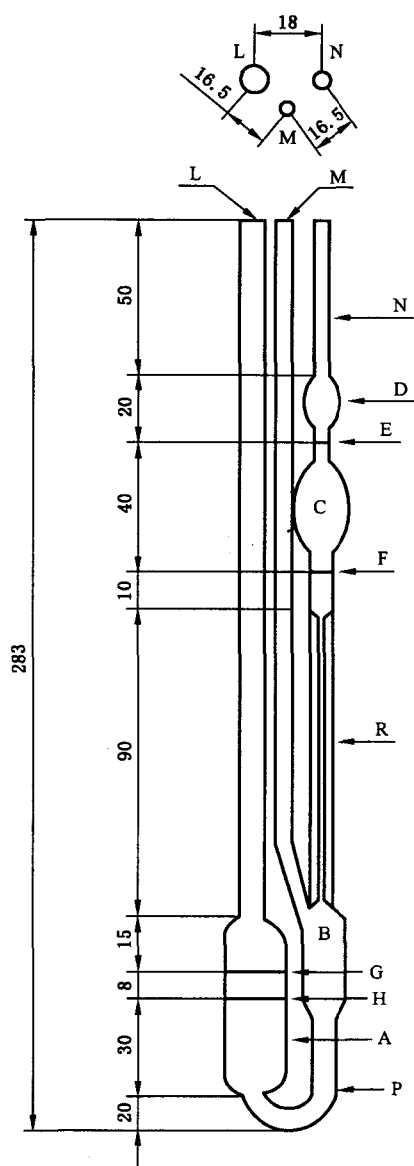
5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 氯化钠溶液:58.5 g/L。

5.2.2.2 氯化钠溶液:117.0 g/L。

5.2.3 仪器、设备

5.2.3.1 乌氏粘度计(见图 1):毛细管内径 0.55 mm($\pm 2\%$)。(30 \pm 0.1) $^\circ\text{C}$ 时,氯化钠溶液流过计时标线 E、F 的时间为 100 s~130 s 之间。



说明:

- | | |
|--------------------------|-----------------------------|
| A ——底部贮球, 外径 26 mm; | L ——架置管, 外径 11 mm; |
| B ——悬浮水平球; | M ——下部出口管, 外径 6 mm; |
| C ——计时球, 容积 3.0 mL(±5%); | N ——上部出口管, 外径 7 mm; |
| D ——上部贮球; | P ——连接管, 内径 6.0 mm(±5%); |
| E、F ——计时标线; | R ——工作毛细管, 内径 0.55 mm(±2%)。 |
| G、H ——充装标线; | |

图 1 乌氏粘度计

- 5.2.3.2 恒温水浴: 温度控制在 $(30 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 。
- 5.2.3.3 温度计: $0^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$, 分度值为 0.1°C 。
- 5.2.3.4 秒表: 最小分度值为 0.1 s 。
- 5.2.3.5 耐酸滤过漏斗: G_2 , 40 mL。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 氯化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±0.1)℃的恒温水浴中,使D球全部浸没在水面下。将经过G₂耐酸滤过漏斗过滤的氯化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 min~15 min。将M管套一胶管,用夹子夹住。用洗耳球将氯化钠溶液吸入到D球一半。取下洗耳球开启M管。用秒表测量氯化钠溶液流过计时标线E、F的时间。重复测定3次,误差不超过0.2 s,取其平均值t₀。

5.2.4.2 试液的制备

称取约0.03 g试样,精确至0.2 mg,置于100 mL烧杯中。加入约45 mL水,置于磁力搅拌器上,开启搅拌。待试样溶解后,过滤。全部转移到100 mL容量瓶中。加入50.00 mL浓度为117.0 g/L的氯化钠溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

5.2.4.3 测定

按5.2.4.1氯化钠溶液流出时间测定的步骤,测定试液的流出时间t。

5.2.5 结果计算

5.2.5.1 试样溶液的相对黏度η_r按式(1)计算:

$$\eta_r = \frac{t}{t_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- t —— 试样溶液的流经时间,单位为秒(s);
- t₀ —— 58.5 g/L氯化钠溶液的流经时间,单位为秒(s)。

5.2.5.2 试样溶液的特性黏度[η],以毫升每克(mL/g)表示,按式(2)计算:

$$[\eta] = \frac{\sqrt{\frac{2 - \ln 3}{\eta_r - \ln \eta_r - 1}} (\eta_r - 1) - 2 \sqrt{\frac{\eta_r - \ln \eta_r - 1}{2 - \ln 3}}}{c \left(\sqrt{\frac{2 - \ln 3}{\eta_r - \ln \eta_r - 1}} - 1 \right)} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- [η_r] —— 试样溶液的相对黏度,单位为毫升每克(mL/g);
- c —— 试样溶液的浓度的数值,单位为克每毫升(g/mL)。

注:由求得的η_r在表2上查得相应的[η]c值,将[η]c值除以试样浓度也可得出特性黏度[η]。

表2 η_r与[η]c的关系

η _r	[η]c									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1.30	0.272 1	0.272 9	0.273 7	0.274 6	0.275 4	0.276 2	0.277 0	0.277 9	0.278 7	0.279 5
1.31	0.280 3	0.281 2	0.282 0	0.282 8	0.283 6	0.284 5	0.285 3	0.286 1	0.286 9	0.297 7
1.32	0.288 6	0.289 4	0.290 2	0.291 0	0.291 8	0.292 6	0.293 5	0.244 3	0.295 1	0.295 9
1.33	0.296 7	0.297 5	0.298 3	0.299 2	0.300 0	0.300 8	0.301 6	0.302 4	0.303 2	0.304 0

表 2 (续)

η_r	$[\eta]c$									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1.34	0.304 8	0.305 6	0.306 5	0.307 3	0.308 1	0.308 9	0.309 7	0.310 5	0.311 3	0.312 1
1.35	0.372 9	0.313 7	0.314 5	0.315 3	0.316 1	0.316 9	0.318 8	0.318 5	0.319 3	0.320 1
1.36	0.302 9	0.321 7	0.322 5	0.323 3	0.324 1	0.324 9	0.325 7	0.326 5	0.327 3	0.328 1
1.37	0.328 9	0.329 7	0.330 5	0.331 3	0.332 1	0.332 9	0.333 7	0.334 5	0.335 3	0.336 1
1.38	0.336 9	0.337 7	0.338 5	0.339 3	0.340 1	0.340 9	0.341 6	0.342 4	0.343 2	0.345 0
1.39	0.345 8	0.345 6	0.346 4	0.347 2	0.348 0	0.348 7	0.349 5	0.350 3	0.351 1	0.351 9
1.40	0.352 7	0.353 5	0.354 2	0.355 0	0.355 8	0.356 6	0.357 4	0.358 2	0.368 9	0.359 7
1.41	0.360 5	0.361 3	0.362 1	0.362 8	0.363 6	0.364 4	0.365 2	0.366 0	0.366 7	0.367 5
1.42	0.368 3	0.369 1	0.369 8	0.370 6	0.371 4	0.372 2	0.372 9	0.373 7	0.374 5	0.375 3
1.43	0.376 0	0.376 8	0.377 6	0.378 4	0.379 1	0.379 9	0.380 7	0.381 4	0.382 2	0.383 0
1.44	0.383 8	0.384 5	0.385 3	0.386 1	0.386 8	0.387 6	0.388 4	0.389 1	0.389 9	0.390 7
1.45	0.391 4	0.392 2	0.393 0	0.397 3	0.394 5	0.395 3	0.396 0	0.396 8	0.387 5	0.398 3
1.46	0.399 1	0.399 8	0.400 6	0.401 4	0.402 1	0.402 9	0.403 6	0.404 4	0.405 2	0.405 9
1.47	0.406 7	0.407 4	0.408 2	0.408 9	0.409 7	0.410 5	0.411 2	0.412 0	0.412 7	0.413 5
1.48	0.414 2	0.415 0	0.415 7	0.416 5	0.417 3	0.418 0	0.418 8	0.419 5	0.420 3	0.421 0
1.49	0.421 8	0.422 5	0.423 3	0.424 0	0.424 8	0.425 5	0.426 3	0.427 0	0.427 8	0.428 5
1.50	0.429 3	0.430 0	0.430 8	0.431 5	0.432 2	0.433 0	0.433 7	0.434 5	0.435 2	0.436 0

5.2.5.3 相对分子质量 M 按式(3)或式(4)计算:

$$M = 802[\eta]^{1.25} \dots\dots\dots(3)$$

$$[\eta] = kM^\alpha \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$[\eta]$ ——特性黏度,单位为毫升每克(mL/g);

k ——经验常数: 4.75×10^{-3} ;

α ——经验常数:0.80。

5.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于10%。

5.3 阳离子度的测定

5.3.1 方法原理

以甲苯胺蓝(T.B)为指示剂,聚 2-丙烯酸酰胺-2-甲基丙磺酸钾(PAMPSK)为标准溶液,滴定待测阳离子试样,化学计量点后,微量过量的聚 2-丙烯酸酰胺-2-甲基丙磺酸钾(PAMPSK)即与甲苯胺蓝(T.B)指示液结合,溶液由蓝色变为紫红色,即为终点。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 水:符合 GB/T 6682 中一级水规格。

5.3.2.2 溴代十六烷基吡啶(CPB)。

5.3.2.3 盐酸溶液:1+35。

5.3.2.4 聚 2-丙烯酸酰胺-2-甲基丙磺酸钾(PAMPSK)标准滴定溶液按如下步骤制备:

- a) 配制:称取聚 2-丙烯酸酰胺-2-甲基丙磺酸钾(PAMPSK)0.250 g~0.350 g 于烧杯中,精确至 0.1 mg。加水 500 mL 左右,搅拌溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。
- b) 标定:称取溴代十六烷基吡啶(CPB)0.02 g~0.04 g,精确至 0.1 mg,置于 100 mL 烧杯中,用水加热溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。移取 10 mL 溴代十六烷基吡啶(CPB)溶液于 250 mL 锥形瓶中,加 60 mL 水,加 4 滴~5 滴甲苯胺蓝(T.B)指示液,用聚 2-丙烯酸酰胺-2-甲基丙磺酸钾(PAMPSK)标准滴定溶液滴定,溶液由蓝色变为紫红色即为终点。同时做空白试验。
- c) 结果计算:聚 2-丙烯酸酰胺-2-甲基丙磺酸钾(PAMPSK)标准滴定溶液浓度 c ,以摩尔每升(mol/L)表示,按式(5)计算:

$$c(\text{PAMPSK}) = \frac{mV}{V_1M(V_2 - V_0) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- m —— 溴代十六烷基吡啶(CPB)的质量的数值,单位为克(g);
- V —— 移取溴代十六烷基吡啶(CPB)溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)($V=10$);
- V_1 —— 配制溴代十六烷基吡啶(CPB)溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=100$);
- M —— 溴代十六烷基吡啶(CPB)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=402.46$);
- V_2 —— 滴定溴代十六烷基吡啶(CPB)时消耗聚 2-丙烯酸酰胺-2-甲基丙磺酸钾(PAMPSK)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 滴定空白时消耗聚 2-丙烯酸酰胺-2-甲基丙磺酸钾(PAMPSK)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.3.2.5 甲苯胺蓝(T.B)指示液:1 g/L 溶液。

5.3.3 测定步骤

称取约 0.3 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 500 mL 容量瓶中,加水溶解后,稀释至刻度。移取 10 mL 该试液于 250 mL 锥形瓶中,加水 60 mL,用盐酸溶液调节 pH 值为 3~5,加 4 滴~5 滴甲苯胺蓝(T.B)指示液,边摇边用聚 2-丙烯酸酰胺-2-甲基丙磺酸钾(PAMPSK)标准滴定溶液滴定,溶液颜色由蓝色变为紫红色即为终点。同时做空白试验。

5.3.4 结果计算

阳离子度以摩尔分数 w 计,数值以 % 表示,按式(6)计算

$$w = \frac{n}{(mw_1V_1/V - nM_1)/M_2 + n} \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

其中: $n = (V_2 - V_0) c \times 10^{-3}$

式中:

- n —— 阳离子单体(DAC)的摩尔数,单位为摩尔(mol);
- m —— 试料的质量的数值,单位为克(g);
- w_1 —— 5.4 测得的固含量的质量分数;

- V_1 ——移取试液的体积的数值,单位为毫升(mL)($V_1=10$);
- V ——试液的体积的数值,单位为毫升(mL)($V=500$);
- M_1 ——阳离子单体(DAC)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=193.67$);
- M_2 ——丙烯酰胺单体的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=71.08$);
- V_2 ——试样消耗聚 2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸钾(PAMPSK)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白消耗聚 2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸钾(PAMPSK)标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——聚 2-丙烯酰胺-2-甲基丙磺酸钾(PAMPSK)标准滴定溶液的摩尔浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L)。

5.3.5 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相对偏差不大于 1.0%。

5.4 固含量的测定

5.4.1 方法提要

在一定温度下,将试样置于电热干燥箱内烘干至恒量。

5.4.2 仪器、设备

5.4.2.1 干燥箱:温度可控制在 $120\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.4.2.2 称量瓶: $\phi 60\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ 。

5.4.3 分析步骤

使用预先于 $120\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥恒量的称量瓶称取约 1 g 试样,精确至 0.2 mg,置于干燥箱中。在 $120\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥 2 h。取出后置于干燥器中冷却至室温,称量,直至恒量。

5.4.4 结果计算

固含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m_1 ——干燥后试样与称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.4.5 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 0.5%。

5.5 丙烯酰胺单体含量的测定

5.5.1 方法提要

试样中的丙烯酰胺单体由萃取剂萃取后,以磷酸二氢钠水溶液和甲醇为流动相,使用高效液相色谱仪用紫外检测器分析,通过峰面积和斜率测出试样中的丙烯酸胺单体的含量。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 水:符合 GB/T 6682 中一级水规格。

5.5.2.2 丙烯酰胺。

5.5.2.3 异丙醇。

5.5.2.4 乙醇(色谱纯)。

5.5.2.5 甲醇(色谱纯)。

5.5.2.6 磷酸。

5.5.2.7 二水合磷酸二氢钠。

5.5.2.8 流动相:称量 6.240 g 二水合磷酸二氢钠,准确至 0.001 g,溶于约 500 mL 水中。定量转移至 2 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用磷酸调节 pH 值至 3.0。将甲醇和磷酸二氢钠水溶液按体积比 15/85 的比例配成流动相。

5.5.2.9 萃取剂(I):量取 540 mL 异丙醇、450 mL 水、10 mL 乙醇置于 1 000 mL 容量瓶中,充分混匀,贮存在棕色玻璃瓶中。

5.5.2.10 萃取剂(II):量取 740 mL 异丙醇、250 mL 水、10 mL 乙醇置于 1 000 mL 容量瓶中,充分混匀,贮存在棕色玻璃瓶中。

5.5.2.11 丙烯酰胺标准贮备溶液(1 000 mg/L):称取约 0.5 g 丙烯酰胺,精确至 0.2 mg,用约 200 mL 溶剂[萃取剂(I)/萃取剂(II)]=1/1]溶解。转移至 500 mL 容量瓶中,并用溶剂稀释至刻度。贮存于玻璃瓶中,盖紧瓶塞,放入冰箱。此溶液至少在四周内是稳定的。

5.5.2.12 丙烯酰胺标准溶液(100 mg/L):移取 25 mL 丙烯酰胺标准贮备溶液,置于 250 mL 容量瓶中,并用溶剂稀释至刻度。贮存于冰箱中,此溶液可放置一周。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。

5.5.3.2 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.5.3.3 微量进样器:100 μL 。

5.5.3.4 定量环:20 μL 。

5.5.3.5 超声波清洗器。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 试样制备

称取约 2 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 25 mL 具塞玻璃瓶中,加 10.00 mL 萃取剂(I),加塞振荡 45 min。然后加 10.00 mL 萃取剂(II),加塞振荡 45 min。

5.5.4.2 测定

在下列条件下用 HPLC 分析提取溶液、空白溶液以及校准溶液:

——流动相:85%的 pH 值为 3.0 的 0.02 mol/L 磷酸二氢钠溶液/15%的甲醇溶液;

——流速:1.0 mL/min;

——柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;

——波长:最大吸收波长 210 nm。

5.5.5 结果计算

丙烯酰胺单体含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_2 = \frac{(\sigma_1 - \sigma_0) \rho V \times 10^{-6}}{(\sigma_2 - \sigma_0) m w_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- σ_1 —— 试样溶液的峰面积的数值,单位为平方毫米(mm^2);
- σ_0 —— 空白溶液的峰面积的数值,单位为平方毫米(mm^2);
- σ_2 —— 标准溶液的峰面积的数值,单位为平方毫米(mm^2);
- ρ —— 丙烯酰胺标准溶液的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V —— 溶剂的体积的数值,单位为毫升(mL)($V=20$);
- m —— 试料的质量的数值,单位为克(g);
- w_1 —— 5.4 测得的固含量的质量分数。

5.5.6 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绝对差值不大于 0.02%。

5.6 溶解时间的测定

5.6.1 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。

5.6.2 仪器、设备

5.6.2.1 电导仪:测量范围 $0 \mu\Omega/\text{cm} \sim 10^5 \mu\Omega/\text{cm}$,配有记录仪,量程 4 mV。

5.6.2.2 恒温槽:温度可控制(30 ± 1) $^{\circ}\text{C}$ 。

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

5.6.3 分析步骤

将盛有 100 mL 水和搅拌子的 200 mL 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 mm~10 mm,与搅拌子距离约 5 mm。开动电磁搅拌,调节液面旋涡深度约 20 mm。打开加热装置,使恒温槽温度升至(30 ± 1) $^{\circ}\text{C}$,恒温 10 min~15 min,调节记录纸线速度,选择电导仪量程。

称取(0.10 ± 0.002)g 试样,由旋涡上部加入至烧杯中。

当记录仪指示的电导值 3 min 内无变化时,停止试验。

5.6.4 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。

5.6.5 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 min。

5.7 水不溶物的测定

5.7.1 方法提要

将一定量的聚丙烯酰胺试样溶解后,采用加压过滤系统过滤,然后洗涤、干燥、称量。

5.7.2 仪器、设备

- 5.7.2.1 加压过滤系统。
- 5.7.2.2 微孔滤膜:直径为 47 mm~50 mm,孔径为 0.22 μm~0.45 μm。
- 5.7.2.3 不锈钢筛网:孔径 25 μm。
- 5.7.2.4 电磁搅拌器或立式搅拌器。
- 5.7.2.5 干燥箱:温度可控制在(120±2)°C。

5.7.3 测定

- 5.7.3.1 称取约 2 g 试样,精确至 0.2 mg,将其加入到盛有 500 mL 水的烧杯中。置于搅拌器上,开动搅拌,使其完全溶解。
- 5.7.3.2 安装好过滤系统,用事先干燥恒量的不锈钢筛网过滤该溶液,过滤后,再用约 500 mL 水冲洗筛网。将不锈钢筛网连同不溶物置于干燥箱中,在(120±2)°C下干燥 2 h。取出后置于干燥器中冷却至室温,称量,直至恒量。

5.7.4 结果计算

水不溶物以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

- m_2 ——不锈钢筛网及不溶物质量的数值,单位为克(g);
- m_1 ——不锈钢筛网质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

5.7.5 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 0.02%。

5.8 筛余物的测定

5.8.1 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。

5.8.2 仪器、设备

- 5.8.2.1 试验筛:符合 GB/T 6003.1 的规定,规格:φ200 mm×50 mm,配有 1.40 mm 筛网的筛盘、180 μm 筛网的筛盘以及筛盖、底盘。
- 5.8.2.2 振筛机:偏心频率约 350 次/min。

5.8.3 分析步骤

将已经称量过的底盘、180 μm 筛网的筛盘、1.40 mm 筛网的筛盘由下至上依次安装好。

称取约 200 g 试样,精确至 1 g,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 20 min。

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 1 g)。

5.8.4 结果计算

5.8.4.1 1.40 mm 筛网筛余物以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

m_2 ——1.40 mm 筛网的筛盘及物料质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——1.40 mm 筛网的筛盘质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

5.8.4.2 180 μm 筛网筛余物以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_5 = \frac{m_4 - m_3}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

m_4 ——180 μm 筛网的筛盘及物料质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——180 μm 筛网的筛盘质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

5.8.5 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%。

5.9 硫酸盐(SO_4)含量的测定

5.9.1 方法提要

试样用丙酮/水溶剂洗涤后,溶液中的硫酸盐与氯化钡反应生成硫酸钡沉淀,使溶液混浊。与标准比浊溶液进行目视比浊。

5.9.2 试剂和材料

5.9.2.1 氯化钡溶液:100 g/L。

5.9.2.2 盐酸溶液:约 0.5 mol/L。

5.9.2.3 丙酮/水溶剂:将 800 mL 丙酮和 200 mL 水充分混匀,贮存在棕色玻璃瓶中。

5.9.2.4 硫酸盐(SO_4)标准溶液:0.1 mg/mL。

5.9.3 试液的制备

称取约 0.50 g 试样,精确至 0.01 g,置于 125 mL 具塞玻璃瓶中,用约 150 mL 丙酮/水溶剂分多次洗涤。洗涤后的溶液移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此为试液 B。

5.9.4 分析步骤

标准比浊溶液的制备:移取硫酸盐(SO_4)标准溶液 2.5 mL 于 50 mL 比色管中,加入 1 mL 氯化钡溶液、5 mL 盐酸溶液,用水稀释至 50 mL,摇匀,放置 2 min。

移取 2.5 mL 试液 B 于 50 mL 比色管中,与标准比浊溶液同时同样处理。其浊度不得大于标准比浊溶液。

5.10 氯化物(Cl)含量的测定

5.10.1 方法提要

试样用丙酮/水溶剂洗涤后,在酸性介质中,溶液中的氯离子与硝酸银反应生成氯化银沉淀,使溶液混浊。与标准比浊溶液进行目视比浊。

5.10.2 试剂和材料

5.10.2.1 硝酸溶液:1+3。

5.10.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

5.10.2.3 氯化物(Cl)标准溶液:0.1 mg/mL。

5.10.3 分析步骤

标准比浊溶液的制备:移取氯化物(Cl)标准溶液 2.5 mL 于 50 mL 比色管中,加入 1 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至 50 mL,摇匀,放置 2 min。

移取 2.5 mL 试液 B 于 50 mL 比色管中,与标准比浊溶液同时同样处理。其浊度不得大于标准比浊溶液。

6 检验规则

6.1 本标准规定的全部指标项目为出厂检验项目。

6.2 阳离子型聚丙烯酰胺产品每批不超过 20 t。

6.3 按 GB/T 6678 确定采样单元数。

6.4 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 200 g,分装入两个清洁、干燥的塑料瓶中,密封。瓶上贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存 3 个月备查。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

6.6 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。核验结果仍有一项不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 阳离子型聚丙烯酰胺产品的包装上应涂刷牢固的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、厂址、本标准编号以及 GB/T 191 规定的“怕热”和“怕湿”标志。

7.2 每批出厂的阳离子型聚丙烯酰胺产品应附有质量检验报告和质量合格证。

7.3 阳离子型聚丙烯酰胺产品采用双层包装,每袋(桶)净质量 25 kg 或 50 kg。

7.4 运输时应使用有篷的工具,严防雨淋、曝晒。

7.5 阳离子型聚丙烯酰胺产品应贮存在阴凉、通风干燥的库房内,贮存期为两年。
