

ICS 71.100
G 77

GB

中华人民共和国国家标准

GB 17514—2008
代替 GB 17514—1998



2008-09-18 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会发布

225

前　　言

本标准中表 1 中 I 类产品指标为强制性的, II 类产品指标和其他条文为推荐性的。

本标准代替 GB 17514—1998《水处理剂 聚丙烯酰胺》。

本标准与 GB 17514—1998 相比主要变化如下:

——增加了产品分类;

——将“污水处理用”改为“II类”并不再分等级;

——丙烯酰胺单体含量“ I 类”由“ $\leq 0.05\%$ ”改为“ $\leq 0.025\%$ ”;“ II 类”由“ $\leq 0.10\%$ ”、“ $\leq 0.20\%$ ”
改为“ $\leq 0.05\%$ ”;

——溶解时间做了调整。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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

本标准负责起草单位:同济大学、安徽天润化学工业股份有限公司、天津化工研究设计院、杭州银湖
化工有限公司。

本标准主要起草人:李风亭、陶阿晖、李琳、俞益平、潘娣、白莹、邵宏谦、朱传俊。

本标准于 1998 年首次发布。

水处理剂 聚丙烯酰胺

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、工业及废水、污水处理的絮凝剂。

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/T 191 包装贮运图示标志
- 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 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 4946—1985 气相色谱法术语
- GB/T 6003.1 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 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 产品分类

聚丙烯酰胺产品按用途分为两类，I类：饮用水处理用；II类：工业及废水、污水处理用。

4 技术要求

- 4.1 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胶状物。
- 4.2 分子量：根据用户要求提供，与标称值的相对偏差不大于10%。
- 4.3 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%。
- 4.4 固含量：固体聚丙烯酰胺的固含量应符合表1要求，胶体聚丙烯酰胺的固含量应不小于标称值。
- 4.5 水处理剂聚丙烯酰胺还应符合表1要求。

表 1

项 目	指 标	
	I类	II类
固含量(固体), w/% ≥	90.0	88.0
丙烯酰胺单体含量(干基), w/% ≤	0.025	0.05
溶解时间(阴离子型)/min ≤	60	90
溶解时间(非离子型)/min ≤	90	120
筛余物(1.00 mm 筛网), w/% ≤	5	10
筛余物(180 μm 筛网), w/% ≥	85	80
不溶物(阴离子型), w/% ≤	0.3	2.0
不溶物(非离子型), w/% ≤	0.3	2.5

5 试验方法

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。试验中所需标准溶液、制剂及制品，在没有特殊注明时，均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

5.1 分子量的测定

5.1.1 方法提要

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

5.1.2 试剂和溶液

5.1.2.1 硝酸钠溶液：85 g/L。

5.1.3 仪器、设备

5.1.3.1 乌氏黏度计(如图 1)：毛细管内径 0.55 mm(±2%)，30 ℃±0.1 ℃时，85 g/L 硝酸钠溶液流过计时标线 E、F 的时间在 100 s~130 s 之间。

5.1.3.2 恒温水浴：可控制 30 ℃±0.1 ℃。

5.1.3.3 秒表：分度值 0.1 s。

5.1.3.4 耐酸滤过漏斗：G₃，40 mL。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 硝酸钠溶液流出时间的测定

将洁净、干燥的乌氏黏度计垂直置于 30 ℃±0.1 ℃ 的恒温水浴中，使 D 球全部浸没在水面下。将经过 G₃ 耐酸滤过漏斗过滤的硝酸钠溶液加入到乌氏黏度计的充装标线 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 0.2 s，取其平均值 t₀。

5.1.4.2 试液的制备

用已知质量的干燥的 50 mL 烧杯称取约 0.03 g 固体试样或相当量的胶体试样，精确至 0.2 mg，用硝酸钠溶液溶解。全部转移到 100 mL 容量瓶中，用硝酸钠溶液稀释至刻度，摇匀。

5.1.4.3 测定

按 5.1.4.1 硝酸钠溶液流出时间测定的手续，测定试液的流出时间 t₁。

5.1.5 结果计算

以 dL/g 表示的极限黏数 [η] 按式(1)计算：

$$\begin{aligned} [\eta] &= \frac{\sqrt{2(\eta_{sp} - \ln \eta_r)}}{\rho} \\ &= \frac{\sqrt{2[(t_1/t_0 - 1) - \ln(t_1/t_0)]}}{mw_1} \end{aligned} \quad \text{.....(1)}$$

式中：

η_{sp} ——增比黏度， $\eta_{sp} = \frac{(t_1 - t_0)}{t_0}$ ；

η_r ——相对黏度， $\frac{t_1}{t_0}$ ；

ρ ——试液的质量浓度的数值，单位为克每分升(g/dL)；

t_1 ——试液流过黏度计计时标线 E、F 的时间的数值，单位为秒(s)；

t_0 ——硝酸钠溶液流过黏度计计时标线 E、F 的时间的数值，单位为秒(s)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

w_1 ——5.3 测得的固含量的质量分数，%。

单位为毫米



- A——低部贮球,外径 26 mm;
 B——悬浮水平球;
 C——计时球,容积 4.0 mL($\pm 0.5\%$);
 D——上部贮球;
 E、F——计时标线;
 G、H——充装标线;
 L——架置管,外径 11 mm;
 M——下部出口管,外径 6 mm;
 N——上部出口管,外径 7 mm;
 P——连接管,内径 6.0 mm($\pm 5\%$);
 R——工作毛细管,内径 0.55 mm($\pm 2\%$)。

图 1 乌氏黏度计

5.3.2 仪器、设备

一般实验室仪器和以下仪器。

5.3.2.1 电热干燥箱:温度可控制在120℃±2℃。

5.3.2.2 称量瓶:Φ40 mm×30 mm或铝盘。

5.3.3 分析步骤

使用预先于120℃±2℃下干燥恒量的称量瓶称取约1g试样,精确至0.2mg,置于电热干燥箱中,在120℃±2℃下干燥至恒量。

5.3.4 结果计算

固含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad (4)$$

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 ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

5.3.5 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,固体产品不大于0.5%,液体产品不大于0.3%。

5.4 丙烯酰胺单体含量的测定

5.4.1 气相色谱法(仲裁法)

5.4.1.1 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。

5.4.1.2 试剂和材料

5.4.1.2.1 甲醇。

5.4.1.2.2 甲醇-水混合溶剂:体积比8:2。

5.4.1.2.3 氮气:纯度99.99%。

5.4.1.2.4 载体:Chromosorb W-HP型,粒度180 μm~250 μm。

5.4.1.2.5 固定液:聚乙二醇,相对分子质量20 000。

5.4.1.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和以下设备。

5.4.1.3.1 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。

5.4.1.3.2 进样器:2 μL或5 μL微量注射器。

5.4.1.3.3 色谱柱:长2 m,内径3 mm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℃,以20 mL/min的氮气流老化处理12 h以上。

5.4.1.3.4 记录仪:满标量程5 mV。

5.4.1.4 试液的制备

5.4.1.4.1 粉状聚丙烯酰胺试液

称取2.9 g~3.1 g固体试样,于干燥的100 mL具塞磨口锥形瓶中,精确至0.2 mg,移取30 mL甲醇-水混合溶剂于锥形瓶中,盖上瓶塞。

摇动锥形瓶,使试样分散均匀,在室温下放置20 h。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4 h。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。

5.4.1.4.2 胶状聚丙烯酰胺试液

称取9 g~11 g胶状试样于干燥的250 mL具塞磨口锥形瓶中,精确至0.2 mg,加入相当试样含水体积4倍的甲醇,盖上瓶塞。以下按5.4.1.4.1操作。

5. 4. 1. 5 分析步骤

5.4.1.5.1 调整仪器

气化室温度:230 °C。

柱温：165 °C。

检测器温度:230 °C~240 °C。

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

柱前压:约 0.16 MPa-

记录仪走纸速度：根据要求和色谱峰宽窄适当选择。

5.4.1.5.2 校准

5.4.1.5.2.1 外标法:按 GB/T 4946—1985 中的 5.15 进行。

5.4.1.5.2.2 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。

5.4.1.5.2.3 丙烯酰胺标准溶液的配制

称取 0.100 0 g \pm 0.000 1 g 丙烯酰胺置于 100 mL 烧杯中, 加入约 15 mL 甲醇-水混合溶剂溶解。全部转移到 50 mL 容量瓶中, 用甲醇-水混合溶剂稀释至刻度, 得到含量为 2.00 mg/mL 的丙烯酰胺标准溶液。

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

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

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

5.4.1.5.2.4 校准曲线的绘制

按 5.4.1.5.1 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 mg/mL、0.02 mg/mL、0.05 mg/mL、0.10 mg/mL、0.20 mg/mL、0.50 mg/mL、1.00 mg/mL、2.00 mg/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含量为横坐标,以相应的色谱峰面积为纵坐标,绘制校准曲线。该校准曲线可绘制两条:由丙烯酰胺含量等于和小于 0.20 mg/mL 的各点对相应各色谱峰面积作图得一直线;由丙烯酰胺含量大于 0.10 mg/mL 的各点对相应色谱峰面积作图得另一直线。

5.4.1.5.3 测定

在 5.4.1, 5.1 条的条件下, 移取 $2 \mu\text{L}$ 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，在校准曲线上查得对应的丙烯酰胺含量。

5.4.1.6 结果计算

丙烯酰胺单体以质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按式(5)计算:

$$w_2 = \frac{V\rho}{m_{sw} \times 1,000} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

式中：

V ——试液中甲醇与水的体积之和的数值，单位为毫升(mL)；
 ρ ——由校准曲线查得的丙烯酰胺的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
 m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；
 w_1 ——5.3 测得的试样的固含量的质量分数，用%表示。

5.4.1.7 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不大于20%。

5.4.2 溴化法

5.4.2.1 方法提要

在试样溶液中加入过量的溴酸钾-溴化钾溶液，在酸性介质中溴酸钾和溴化钾反应生成的溴与试样中丙烯酰胺的双键加成。反应完成后，加入过量的碘化钾还原未反应的溴而生成碘，用硫代硫酸钠标准滴定溶液回滴析出的碘。

5.4.2.2 试剂和材料

5.4.2.2.1 盐酸。

5.4.2.2.2 盐酸溶液：1+1。

5.4.2.2.3 碘化钾溶液：200 g/L。

5.4.2.2.4 甲醇-水提取液：体积比为8:2。

5.4.2.2.5 溴酸钾-溴化钾溶液： $c\left(\frac{1}{6}KBrO_3\right)$ 约0.1 mol/L。

5.4.2.2.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(Na_2S_2O_3)$ 约0.05 mol/L。

5.4.2.2.7 淀粉指示液：10 g/L。

5.4.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和以下仪器。

5.4.2.3.1 康氏振荡器。

5.4.2.4 试验溶液制备

5.4.2.4.1 水溶液法

称取0.3 g~0.5 g粉状试样或相当于0.5 g固含量的胶状试样，精确至0.2 mg，置于250 mL碘量瓶中，加入100 mL水，振荡至试样完全溶解。

5.4.2.4.2 提取法

称取14 g~16 g粉状试样，精确至0.2 mg，置于250 mL锥形瓶中，用移液管加入150 mL提取液，用胶塞盖紧瓶口，在高于15 °C的室温下放置20 h后，在康氏振荡器上振荡4 h。用移液管准确移取上层清液10 mL~40 mL[根据残留丙烯酰胺的大致含量确定移取量，使式(6)中试样和空白试验所耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积之差约为2 mL~4 mL]，放入250 mL碘量瓶中，加水使总体积约为100 mL。

5.4.2.5 分析步骤

在5.4.2.4.1和5.4.2.4.2的试验溶液中，用移液管在碘量瓶中准确加入20 mL溴酸钾-溴化钾溶液，10 mL盐酸溶液，立即盖紧塞子，水封、摇匀，置于暗处30 min后迅速加入10 mL碘化钾溶液，立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，滴定至浅黄色时，加入1 mL~2 mL淀粉指示剂，继续滴定至蓝色消失时即为终点。记录滴定所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的毫升数。在滴定过程中应避免阳光照射，滴定速度要适当快些，不要剧烈摇动。在滴定5.4.2.4.2试验溶液时，若室温高于20 °C，应将碘量瓶置于冷水中滴定。同时做空白试验。

5.4.2.6 结果计算

聚丙烯酰胺中的残留丙烯酰胺含量以质量分数 w_2 计，数值以%表示，按式(6)计算：

5.7.4 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I类不大于0.02%,II类不大于0.2%。

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,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。

6.2 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。

6.3 聚丙烯酰胺产品每批不超过3t。

6.4 按GB/T 6678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。将所采样品混匀,用四分法将所采样品缩分至不少于200g,胶体产品采样总量不少于500g。分别分装入两个清洁、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、类别、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。

6.5 检验结果中如果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,整批产品为不合格。

6.6 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。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 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、类别、商标、批号或生产日期、净质量、厂址以及GB/T 191规定的标志4“怕热”和标志7“怕湿”。

7.2 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、类别、产品批号或生产日期、净质量、产品质量符合标准的证明及标准编号。

7.3 水处理剂聚丙烯酰胺采用双层包装。每袋(桶)净质量为25kg、50kg或根据用户要求确定。

7.4 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。

7.5 水处理剂聚丙烯酰胺的贮存期为二年。