

ICS 71.100.80

G77

备案号：

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5750—2020

水处理剂 乳液型阴离子和非离子聚丙烯酰胺

Water treatment chemicals—emulsion anionic and non-ionic polyacrylamides

(报批稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

# 水处理剂 乳液型阴离子和非离子聚丙烯酰胺

## 1 范围

本标准规定了乳液型阴离子和非离子聚丙烯酰胺的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于水处理剂用乳液型阴离子和非离子聚丙烯酰胺产品，该产品主要用于工业用水、工业废（污）水及污泥脱水的处理，也可用于造纸行业的助留助滤等。

## 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 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 技术要求

- 3.1 外观：半透明至乳白色液体。
- 3.2 相对分子量：如表 1 所示，根据用户要求提供，与标称值的相对偏差不大于 10%。
- 3.3 阴离子度：阴离子型产品与标称值的绝对差值不大于 3%，或根据用户要求提供。非离子型产品，阴离子度不大于 5%。
- 3.4 乳液型阴离子和非离子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
聚合物的质量分数, $w_1$ %	$\geq$ 25	4.3
特性黏数 (30℃) $\eta$ , dL/g	$\geq$ 3.5	4.4
相对分子量, $M$	$\geq$ 100*10 <sup>4</sup>	4.4
丙烯酰胺单体的质量分数, $w_3$ %	$\leq$ 0.1	4.6
溶解时间 (1g/L), t min	$\leq$ 30	4.7
水不溶物的质量分数, $w_4$ %	$\leq$ 1.0	4.8

## 4 试验方法

### 4.1 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/T6682三级水的规格。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之规定制备。

### 4.2 外观的测定

自然光下目视观察产品外观呈半透明至乳白色液体。

### 4.3 聚合物含量的测定

#### 4.3.1 方法提要

采用乙醇/丙酮萃取试样，在萃取过程中，试样中的各种表面活性剂、油和水与聚合物分离。分离后的聚合物经过滤、干燥、称量后即可得出试样中聚合物含量。

#### 4.3.2 试剂或材料

4.3.2.1 无水乙醇。

4.3.2.2 无水丙酮。

#### 4.3.3 仪器设备

4.3.3.1 干燥箱。

4.3.3.2 磁力搅拌器。

4.3.3.3 磁力搅拌子。

#### 4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 分别将三个搅拌子和三张定量滤纸放到三个 150mL 烧杯中，于  $(105 \pm 2)$  °C 下干燥至恒量，称量三个烧杯的质量  $m_0$ （精确至 0.2mg）并编号。分别量取 50mL 的无水乙醇于烧杯中，将烧杯放在磁力搅拌器上，开启磁力搅拌器，调节转速，使烧杯中的溶液形成漩涡并保证溶液不溅到烧杯壁上。

4.3.4.2 用一次性塑料针筒抽取 10mL 的试样并称量为  $m_1$ （精确至 0.2mg），将针筒中的试样缓慢加到漩涡壁中，然后称量空针筒的质量  $m_2$ （精确至 0.2mg）。继续搅拌 30min 后静置，直到烧杯底部析出聚合物。用漏斗过滤烧杯上层的溶液。再加 50mL 无水乙醇于原烧杯中，打开磁力搅拌器，搅拌 30min 后静置，继续过滤烧杯上层溶液。最后加 50mL 无水丙酮于原烧杯中，打开磁力搅拌器，搅拌 30min 后静置，再次过滤上层溶液。

4.3.4.3 过滤后将滤纸取出放入析出聚合物的烧杯中，将烧杯放入干燥箱内，从室温开始加热，于  $(105 \pm 2)$  °C 下干燥至恒量，称其质量  $m_3$ （精确至 0.2mg）。

#### 4.3.5 结果计算

聚合物含量以质量分数  $w_1$  计，数值以 % 表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_2} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- $m_3$ ——干燥后试样、搅拌子、滤纸及烧杯的质量的数值，单位为克（g）；  
 $m_0$ ——搅拌子、滤纸及烧杯的质量的数值，单位为克（g）；  
 $m_1$ ——一次性塑料针筒和试样的质量的数值，单位为克（g）；  
 $m_2$ ——一次性塑料针筒的质量的数值，单位为克（g）。

#### 4.3.6 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1.0%。

### 4.4 特性黏数和相对分子量的测定

#### 4.4.1 方法提要

使用氯化钠溶液将试样配制成稀溶液。用乌氏黏度计测定其特性黏数，按经验公式计算出试样的相对分子量。

#### 4.4.2 试剂或材料

4.4.2.1 氯化钠溶液 I：58.5g/L。

4.4.2.2 氯化钠溶液 II：117.0g/L。

#### 4.4.3 仪器设备

4.4.3.1 乌氏黏度计（如图 1）：毛细管内径 0.58mm(±2%)，30℃±0.1℃时，氯化钠溶液 I 流过计时标线 E 到 F 的时间在 80s~130 s 之间。

4.4.3.2 恒温水浴：可控制 30℃±0.1℃。

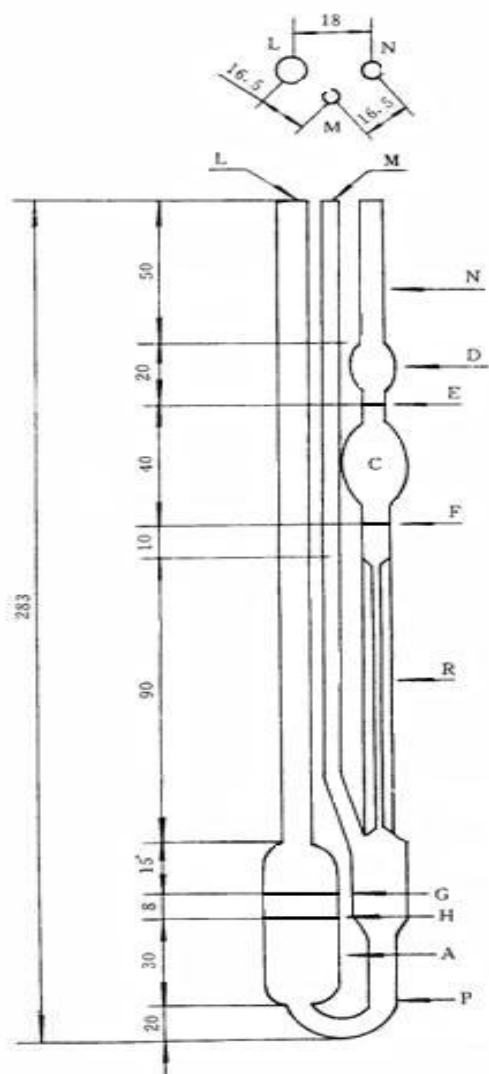
4.4.3.3 秒表：分度值 0.1s。

4.4.3.4 耐酸过滤漏斗：G<sub>2</sub>，100mL。

#### 4.4.4 试验步骤

##### 4.4.4.1 氯化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 G<sub>2</sub>耐酸过滤漏斗过滤的氯化钠溶液 I 加入到乌氏黏度计的充装标线 G、H 之间为止，恒温 10min~15min。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 I 流过计时标线 E 到 F 的时间。重复测定三次，误差不超过 0.2s，取其平均值  $t_0$ 。



说明:

A—低部贮球，外径 26mm；B—悬浮水平球；C—计时球，容积 4.0mL(±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 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(±5%)；R—工作毛细管，内径 0.58mm(±2%)

图 1 乌氏黏度计

#### 4.4.4.2 试液的制备

称取约 0.1g 试样，精确至 0.2mg，置于 100mL 烧杯中。加入约 45mL 水，置于磁力搅拌器上，开启搅拌。搅拌 30min 后，全部转移到 100mL 容量瓶中。加入 50.00mL 氯化钠溶液 II，用水稀释至刻度，摇匀，用 G<sub>2</sub> 耐酸过滤漏斗过滤。该试液的浓度应使溶液流过计时标线 E 到 F 的时间与氯化钠溶液 I 流过计时标线 E 到 F 的时间的比值在 1.3~1.5 之间。

#### 4.4.4.3 测定

按 4.4.4.1 条测定氯化钠溶液流出时间的方法，测定试液的流出时间  $t_l$ 。

#### 4.4.5 结果计算

4.4.5.1 以 dL/g 表示的特性黏数 $[\eta]$ 按式(2)计算:

$$[\eta] = \frac{\sqrt{2(\eta_{sp} - \ln \eta_r)}}{c} = \frac{\sqrt{2[(t_1/t_0 - 1) - \ln(t_1/t_0)]}}{mw_1} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$\eta_{sp}$ ——增比黏度的数值,  $\eta_{sp} = (t_1 - t_0)/t_0$ ;

$\eta_r$ ——相对黏度的数值,  $t_1/t_0$ ;

$c$ ——试液的浓度的数值, 单位为克每分升 (g/dL);

$t_1$ ——试液流过黏度计时, 从标线 E 到 F 的时间的数值, 单位为秒 (s);

$t_0$ ——氯化钠溶液 I 流过黏度计时, 从标线 E 到 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);

$w_1$ ——聚合物的质量分数。

计算结果表示到小数点后两位。

4.4.5.2 相对分子量  $M$  按式(3)计算:

$$[\eta] = KM^\alpha \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$[\eta]$ ——特性黏数的数值, 单位为分升每克 (dL/g);

$K, \alpha$ ——经验常数,  $K=3.73 \times 10^{-4}$ ,  $\alpha=0.66$ 。

#### 4.4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的相对偏差不大于10%。

### 4.5 阴离子度的测定

#### 4.5.1 方法提要

在pH值为10.4~10.6的条件下, 加过量的阳离子聚合物甲基乙二醇甲壳素 (MGC) 于试样中, 以甲苯胺蓝为指示剂, 用聚乙烯醇硫酸钾(PVSK)标准溶液滴定过量的阳离子聚合物甲基乙二醇甲壳素 (MGC), 计算得出阴离子度。

#### 4.5.2 试剂或材料

4.5.2.1 十六烷基氯化吡啶: 纯度 $\geq 99.0\%$ 。

4.5.2.2 氢氧化钠溶液: 0.1mol/L。

4.5.2.3 盐酸溶液: 0.1mol/L。

4.5.2.4 甲基乙二醇甲壳素 (MGC) 标准溶液: 0.005mol/L;

4.5.2.5 聚乙烯醇硫酸钾( $C_2H_3KSO_4$ )<sub>n</sub>(PVSK)标准滴定溶液:  $c_{PVSK}$  约 0.0025mol/L, 按如下步骤制备:

- a) 配制：称取聚乙烯醇硫酸钾(PVSK) 约 0.40g 于烧杯中，精确至 0.2mg。加水溶解，移入 1000mL 容量瓶中，稀释至刻度。
- b) 标定：准确称量 0.03g~0.04g 的十六烷基氯化吡啶，精确至 0.2mg。加入约 20mL 水溶解，移入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度。用移液管量取 50mL 十六烷基氯化吡啶溶液于 250mL 锥形瓶中，加入 50mL 水。用盐酸溶液或氢氧化钠溶液调节 pH 值为 3.5~4.5，加入两滴甲苯胺蓝(TB) 指示液，用聚乙烯醇硫酸钾(PVSK)标准滴定溶液滴定，溶液由蓝色变为紫色（30s 不褪色）即为终点。同时做空白试验。
- c) 结果计算：聚乙烯醇硫酸钾(PVSK)标准滴定溶液浓度  $c_{PVSK}$ ，以摩尔每升 (mol/L) 表示，按式 (4) 计算：

$$c_{PVSK} = \frac{mV}{V_1M(V_2 - V_0) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$m$ ——十六烷基氯化吡啶的质量的数值，单位为克 (g)；

$V$ ——移取十六烷基氯化吡啶溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V=50$ )；

$V_1$ ——配制十六烷基氯化吡啶溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL) ( $V_1=100$ )；

$M$ ——十六烷基氯化吡啶的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ( $M=358.01$ )；

$V_2$ ——滴定十六烷基氯化吡啶时消耗聚乙烯醇硫酸钾(PVSK)标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_0$ ——滴定空白时消耗聚乙烯醇硫酸钾(PVSK)标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

#### 4.5.2.6 甲苯胺蓝(TB)指示液：1g/L。

#### 4.5.3 仪器设备

磁力搅拌器。

#### 4.5.4 样品制备

称取(200- $m_1$ )g的水于500mL 的烧杯中，将烧杯置于磁力搅拌器上，开启搅拌器至水形成漩涡，将 $m_1$ （约为1g）的试样缓慢均匀地加入到水漩涡壁中，搅拌至完全溶解。此为试液A。

#### 4.5.5 试验步骤：

阴离子产品称取试液A约1g，精确至0.2mg，置于250mL锥形瓶中，加水至约100mL，用氢氧化钠溶液调节pH值至10.4~10.6（采用pH计检验）。非离子产品称取试液A约100g，精确至2mg，置于250mL锥形瓶中，用氢氧化钠溶液调节pH值至10.4~10.6（采用pH计检验）。

用移液管准确量取5mL甲基乙二醇甲壳素（MGC）标准溶液加入锥形瓶中，加三滴甲苯胺蓝(TB)指示液，用聚乙烯醇硫酸钾(PVSK)标准滴定溶液滴定，溶液由蓝色变为紫色（30s不褪色）即为终点，同时做空白试验。

#### 4.5.6 结果计算

阴离子度（以丙烯酸钠计）的摩尔分数 $w_2$ ，数值以%表示，按式（5）计算

$$w_2 = \frac{n}{(m_1w_1 m_2/m - nM_1)/M_2 + n} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

$$\text{其中: } n = (V_0 - V_1)c \times 10^{-3}$$

式中:

$n$ ——阴离子的摩尔数, 单位为摩尔 (mol);

$m_f$ ——试料的质量的数值, 单位为克 (g);

$w_1$ ——4.3测得的聚合物含量的质量分数;

$m_2$ ——称取试液A的质量的数值, 单位为克 (g);

$m$ ——试液A的总质量的数值, 单位为克 (g) ( $m=200$ );

$M_1$ ——丙烯酸钠的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ( $M_1=94.00$ );

$M_2$ ——丙烯酰胺单体的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ( $M_2=71.08$ );

$V_1$ ——试样消耗聚乙烯醇硫酸钾(PVSK)标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

$V_0$ ——空白消耗聚乙烯醇硫酸钾(PVSK)标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

$c$ ——聚乙烯醇硫酸钾(PVSK)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)。

计算结果表示到小数点后一位。

#### 4.5.7 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%。

### 4.6 丙烯酰胺单体含量的测定

#### 4.6.1 方法提要

试样中未反应的丙烯酰胺单体由萃取剂萃取后, 以甲醇-磷酸二氢钠溶液 (其体积比为15/85) 为流动相, 使用配有紫外检测器的高效液相色谱仪 (HPLC) 分析, 由保留时间确定丙烯酰胺单体的峰, 根据峰面积测出其含量。

#### 4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 水: 符合 GB/T 6682 中一级水规格。

4.6.2.2 丙烯酰胺: 色谱级。

4.6.2.3 异丙醇。

4.6.2.4 甲醇 (色谱纯)。

4.6.2.5 磷酸。

4.6.2.6 磷酸二氢钠 ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )。

4.6.2.7 磷酸二氢钠溶液: 称量 6.240g 二水合磷酸二氢钠, 准确至 1mg, 溶于约 500mL 水中。转移至 2000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。用磷酸调节 pH 值至 3.0。

4.6.2.8 萃取剂: 量取 740mL 异丙醇、250mL 水、10mL 乙醇置于 1000mL 容量瓶中, 充分混匀, 贮存在棕色玻璃瓶中。

4.6.2.9 丙烯酰胺标准贮备溶液: 1000mg/L。称取约 0.5g 丙烯酰胺, 精确至 0.2mg, 用约 200mL 萃取剂溶解。转移至 500mL 容量瓶中, 并用萃取剂稀释至刻度。贮存于玻璃瓶中, 盖紧瓶塞, 放入冰箱。此溶液可稳定放置四周。

#### 4.6.3 仪器设备

4.6.3.1 高效液相色谱仪: 配有紫外检测器。



- 4.6.3.2 色谱柱：C18 反相柱。
- 4.6.3.3 过滤器：滤膜孔径约 0.45 $\mu$ m。
- 4.6.3.4 微量进样器：100 $\mu$ L。
- 4.6.3.5 超声波清洗器。
- 4.6.3.6 振荡器。

#### 4.6.4 分析步骤

##### 4.6.4.1 试样制备

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

##### 4.6.4.2 校准溶液的制备

将丙烯酰胺贮备溶液分别配成浓度为0mg/L、25mg/L、50mg/L、75mg/L、100mg/L、150mg/L的标准溶液

##### 4.6.4.3 测定

在下列条件下分析试样、空白溶液以及校准溶液：

- 流动相：甲醇和磷酸二氢钠溶液按体积比15/85的比例配成；
- 流速：1.0 mL/min；
- 柱温：40℃；
- 检测波长：210nm；
- 进样量：10 $\mu$ L。

#### 4.6.5 结果计算

丙烯酰胺单体含量以质量分数  $w_3$  计，数值以%表示，按式（6）计算：

$$w_3 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$\rho$ ——由校准曲线计算得出的丙烯酰胺单体的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

$V$ ——溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V=20$ ）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

计算结果表示到小数点后两位。

#### 4.6.6 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10%。

### 4.7 溶解时间的测定

#### 4.7.1 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。

#### 4.7.2 仪器设备

4.7.2.1 电导仪：测量范围(0~10<sup>5</sup>)μΩ/cm，量程 4mV。

4.7.2.2 恒温槽：温度可控制(30±1)℃。

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

#### 4.7.3 分析步骤

将盛有 500mL 水和搅拌子的 1000mL 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 5mm~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±1)℃，恒温 10min~15min。称取(0.50±0.002)g 试样，由旋涡上部加入至烧杯中。当试样的电导值 3min 内变化范围小于 1%时，停止试验。

#### 4.7.4 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，恒定时间以试样的电导值 3min 内变化范围小于 1%的初始时间开始计时。

#### 4.7.5 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 2min。

### 4.8 水不溶物含量的测定

#### 4.8.1 方法提要

将一定量的聚丙烯酰胺试样溶解后，用不锈钢网过滤后，然后洗涤、干燥、称量。

#### 4.8.2 仪器、设备

4.8.2.1 不锈钢网：孔径 125μm。

4.8.2.2 电磁搅拌器。

#### 4.8.3 分析步骤

称取约 2g 试样，精确至 0.2mg，将其加入到盛有 500mL 水的烧杯中。置于搅拌器上，开动搅拌，溶解 30min。用事先干燥恒量的不锈钢筛网过滤该溶液，过滤后，再用约 500mL 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)℃下干燥 2h。取出后置于干燥器中冷却至室温，称量，直至恒量。

#### 4.8.4 结果计算

水不溶物以质量分数 $w_4$ 计，数值以%表示，按式(7)计算：

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

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)。

#### 4.8.5 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大于0.1%。

## 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 乳液型阴离子和非离子聚丙烯酰胺产品每批不超过 30t。
- 5.4 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。
- 5.5 采样时，应将采样器深入桶内，从上、中、下部位采样量不少于 500mL。将所采样品混匀，从中取出约 1000mL，分装于两个清洁、干燥的聚乙烯塑料瓶中，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，另一瓶保存三个月备查。
- 5.6 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。
- 5.7 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。

## 6 标志、包装、运输、贮存

- 6.1 乳液型阴离子和非离子聚丙烯酰胺的外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、产品批号或生产日期、净质量、厂址以及 GB/T 191 规定的“怕热”标志。
  - 6.2 每批出厂的乳液型阴离子和非离子聚丙烯酰胺应附有质量证明书。
  - 6.3 乳液型阴离子和非离子聚丙烯酰胺采用吨桶包装。每桶净质量为 1000kg，或根据用户要求确定。
  - 6.4 运输时应使用有蓬的工具，严防雨淋、曝晒。
  - 6.5 贮存在阴凉、通风干燥的库房内，贮存温度为 5℃~35℃。
  - 6.6 乳液型阴离子和非离子聚丙烯酰胺的贮存期为半年。
-