



中华人民共和国国家标准

GB/T 33085—2016

水处理剂 聚二甲基二烯丙基氯化铵

Water treatment chemicals—Poly(diallyldimethylammonium chloride)

2016-10-13 发布

2017-05-01 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。

本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院有限公司、北京恒聚化工集团有限责任公司、浙江大川新材料股份有限公司、爱森(中国)絮凝剂有限公司、山东宝莫生物化工股份有限公司、江苏富森科技股份有限公司、南京理工大学、南昌水业集团南昌工贸有限公司、重庆大学、重庆蓝洁广顺净水材料有限公司、山东鑫泰水处理技术有限公司、深圳市长隆科技有限公司。

本标准主要起草人:朱传俊、郭文礼、俞益平、凌静、胡奎玲、常春、张跃军、金平、郑怀礼、邹鹏、崔进、李金杰、郭卫丰、杨开吉。

水处理剂 聚二甲基烯丙基氯化铵

1 范围

本标准规定了水处理剂聚二甲基烯丙基氯化铵的要求、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聚二甲基烯丙基氯化铵产品,该产品主要用作生活用水、工业用水、污水处理及污泥处理的絮凝剂。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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

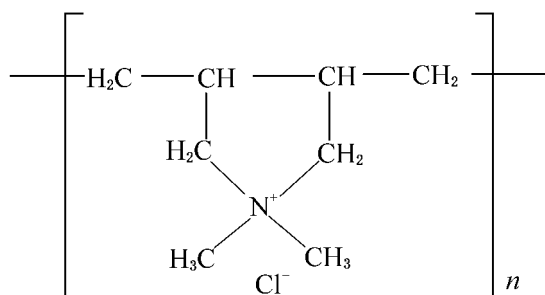
GB/T 6678 化工产品采样总则

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

生活饮用水化学处理剂卫生安全评价规范 卫法监发[2001]161号

3 结构式



4 分类

聚二甲基烯丙基氯化铵分为溶液和固体两种型号,Ⅰ类为液体或胶体,Ⅱ类为固体。

5 要求

5.1 外观

I类为无色或微黄至琥珀色粘稠液体或胶体。

II类为白色至浅黄色固体。

5.2 水处理剂

聚二甲基二烯丙基氯化铵应符合表1要求。

表 1

项目	指标	
	I类	II类
固含量的质量分数 $w_1/\%$	≥ 20.0	90.0
pH值(10 g/L溶液)	5.0~7.0	
特征黏度 $[\eta]/\text{dL/g}$	≥ 0.50	
二甲基二烯丙基氯化铵(以干基计)的质量分数 $w_2/\%$	≤ 1.0	
氯化钠(以干基计)的质量分数 $w_3/\%$	≤ 2.5	
筛余物(1.00 mm筛网)的质量分数 $w_4/\%$	—	1
筛余物(180 μm 筛网)的质量分数 $w_5/\%$	—	89
溶解时间(25 $^{\circ}\text{C}$)(5 g/L水溶液)/min	≤ 30	
产品用于生活饮用水处理时,应符合《生活饮用水化学处理剂卫生安全评价规范》及相关法律法规要求。		

6 试验方法

6.1 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、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603之规定制备。

6.2 固含量的测定

6.2.1 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。

6.2.2 仪器、设备

6.2.2.1 干燥箱:温度可控制在 $(110\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.2.2 称量瓶。

6.2.3 分析步骤

使用预先于 $(110\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 下干燥恒量的称量瓶称取约4 g I类试样或1 g II类试样,精确至0.2 mg,

置于干燥箱中。于 $(110\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥至恒量。

6.2.4 结果计算

固含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

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

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)。

6.2.5 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应不大于 0.5%。

6.3 pH 值的测定

6.3.1 方法提要

试样溶于水,用配有玻璃测量电极和甘汞参比电极或复合电极的酸度计测量试验溶液的 pH 值。

6.3.2 试剂和材料

6.3.2.1 无二氧化碳的水。

6.3.2.2 pH 6.86 的标准缓冲溶液。

6.3.2.3 pH 4.00 的标准缓冲溶液。

6.3.3 仪器、设备

6.3.3.1 电磁搅拌器。

6.3.3.2 酸度计:精度 0.02 pH 单位,配有饱和甘汞参比电极、玻璃测量电极或复合电极。

6.3.4 酸度计标定

6.3.4.1 测定前应用缓冲溶液标定酸度计。

6.3.4.2 测定前后应用水冲洗电极。

6.3.4.3 将电极放入 pH 6.86 的标准缓冲溶液中,开动搅拌,测定 pH 值。

6.3.4.4 将电极放入 pH 4.00 的标准缓冲溶液中,开动搅拌,测定 pH 值。

6.3.4.5 测定溶液的 pH 值时两次误差不应超过 0.05。

6.3.5 pH 值测量

称取 $(1.00\pm 0.01)\text{g}$ 试样(以干基计),置于 100 mL 烧杯中,加约 50 mL 无二氧化碳的水溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。将试样溶液倒入烧杯中,在已定位的酸度计上测其 pH 值。

6.4 特征黏度的测定

6.4.1 方法提要

使用 1 mol/L 的氯化钠溶液将试样配制成稀溶液,用乌氏黏度计测定其特征黏度。

6.4.2 试剂和材料

氯化钠溶液： $c_{\text{NaCl}} = 1.00 \text{ mol/L}$ 的溶液。

6.4.3 仪器、设备

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

6.4.3.2 恒温水浴:温度控制在 $(30 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 。

6.4.3.3 温度计: $0^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$,分度值为 0.1°C 。

6.4.3.4 秒表:最小分度值为 0.1 s 。

6.4.3.5 耐酸滤过漏斗: G_3 , 40 mL 。

6.4.4 分析步骤

6.4.4.1 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 $(30 \pm 0.1)^\circ\text{C}$ 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氯化钠溶液加入到乌氏黏度计的充装标线 G、H 之间为止,恒温 $10 \text{ min} \sim 15 \text{ min}$ 。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。重复测定三次,误差不超过 0.2 s ,取其平均值 t_0 。

6.4.4.2 试液的准备

称取约 0.15 g 固体试样或相当量的液体试样,精确至 0.2 mg ,用氯化钠溶液溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,并用氯化钠溶液稀释至刻度,摇匀。

6.4.4.3 测定

按 6.4.4.1 氯化钠溶液流出时间测定的手续,测定试液的流出时间 t 。

6.4.4.4 结果计算

特征黏度以 $[\eta]$ 计,数值以 dL/g 表示,按式(2)计算:

$$[\eta] = \frac{\sqrt{2}(\eta_{\text{sp}} - \ln \eta_r)}{c} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

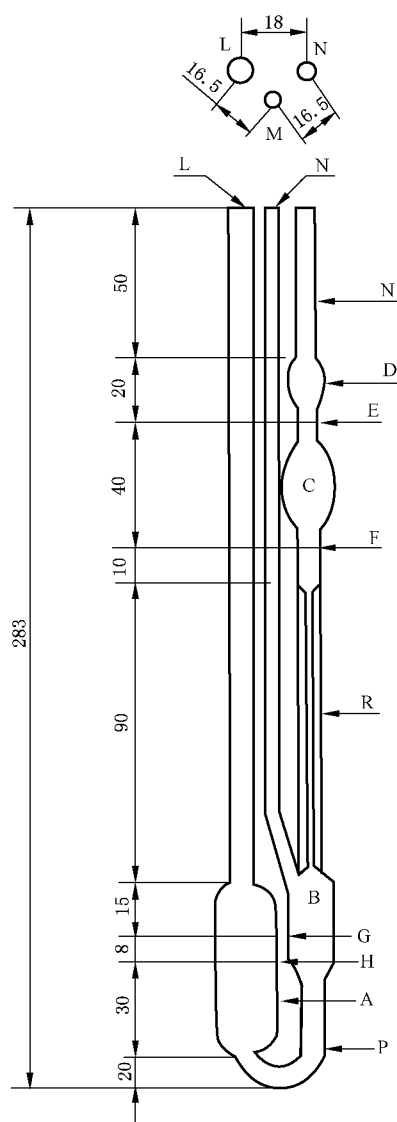
η_{sp} ——增比黏度, $\eta_{\text{sp}} = (t - t_0)/t_0$;

η_r ——相对黏度, $\eta_r = t/t_0$;

c ——试液的浓度的数值,单位为克每分升(g/dL);

t_0 ——氯化钠溶液流过黏度计 E、F 的时间的数值,单位为秒(s);

t ——试液流过黏度计 E、F 两刻度的时间的数值,单位为秒(s)。



说明:

A ——底部贮球, 外径 26 mm;

B ——悬浮水平球;

C ——计时球, 容积 3.0 mL($\pm 5\%$);

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

6.5 二甲基二烯丙基氯化铵含量的测定

6.5.1 方法提要

聚合物中未反应的二甲基二烯丙基氯化铵, 可由高效液相色谱(HPLC)测定稀释过的单体溶液得到。由保留时间确定二甲基二烯丙基氯化铵峰, 根据外标法的斜率和峰面积测出其含量。

6.5.2 试剂和材料

6.5.2.1 水:符合 GB/T 6682 中一级水规格。

6.5.2.2 乙腈,色谱级。

6.5.2.3 甲醇,色谱级。

6.5.2.4 二甲基二烯丙基氯化铵单体溶液。

6.5.2.5 冰乙酸。

6.5.2.6 三甲胺苄基氯(BATC)。

6.5.2.7 氢氧化钠溶液:10 mol/L。

6.5.2.8 流动相:在 1 L 水中加入 0.371 g 的三甲胺苄基氯(BATC)、2 mL 的冰乙酸和 2 mL 的氢氧化钠溶液,将以上溶液混合,并调节 pH 值在 4.8 ± 0.1 。然后加入 5 mL 的乙腈和 20 mL 的甲醇,用 $0.45 \mu\text{m}$ 的膜过滤并且在使用前脱气。

6.5.3 仪器、设备

6.5.3.1 高效液相色谱仪:带紫外检测器和积分系统。

6.5.3.2 色谱柱:硅胶基质, C_{18} :250 mm $\times$ 4.6 mm。

6.5.3.3 过滤器:滤膜孔径约 $0.45 \mu\text{m}$ 。

6.5.3.4 注射器:25 μL 。

6.5.3.5 酸度计。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 试样的准备

称取约 0.5 g 试样(以干基计),精确至 0.2 mg,置于 100 mL 容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀,然后用 $0.45 \mu\text{m}$ 的膜过滤。

6.5.4.2 校准溶液的制备

将二甲基二烯丙基氯化铵分别配成浓度为 0 mg/L、20 mg/L、40 mg/L、60 mg/L、80 mg/L、100 mg/L 的标准溶液。

6.5.4.3 测定

在下列条件下用 HPLC 分析试样溶液、空白溶液以及校准溶液:

——流动相: pH 值为 4.8 的 2 mmol/L 的三甲胺苄基氯(BATC)溶液和甲醇、乙腈的混合溶液;

——流速:1.3 mL/min;

——柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;

——波长:最大吸收波长 254 nm。

6.5.5 结果计算

二甲基二烯丙基氯化铵含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m w_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ρ ——由校准曲线计算得出的二甲基二烯丙基氯化铵的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)($V=100$);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

w_1 ——6.2 测得的固含量的质量分数。

6.5.6 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应不大于 0.2%。

6.6 溶解时间的测定

6.6.1 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。

6.6.2 仪器、设备

6.6.2.1 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。

6.6.2.2 恒温槽:温度可控制 $(25\pm 1)^\circ\text{C}$ 。

6.6.2.3 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。

6.6.3 分析步骤

6.6.3.1 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 $(25\pm 1)^\circ\text{C}$,恒温 10 min~15 min,调节记录纸线速度,选择电导仪量程。

6.6.3.2 称取 $(0.50\pm 0.002)\text{g}$ 试样,由旋涡上部加入至烧杯中。

6.6.3.3 当记录仪指示的电导值 3 min 内无变化时,停止试验。

6.6.4 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。以分(min)表示的溶解时间由记录仪的走纸长度换算。

6.6.5 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应不大于 2 min。

6.7 氯化钠含量的测定

6.7.1 方法提要

试样经硝酸溶解后,溶于水,经雾化喷入火焰,钠离子被热解为基态原子。在 330.2 nm 波长处,以空气-乙炔火焰用原子吸收光谱法测定钠原子的吸光度,吸光度的大小与钠的质量浓度成正比。由校准曲线得出钠的质量浓度,然后计算得到氯化钠含量。

6.7.2 试剂和材料

6.7.2.1 水:GB/T 6682,二级水。

6.7.2.2 硝酸:优级纯。

6.7.2.3 硝酸溶液:1+1。

6.7.2.4 钠标准溶液：1.0 g/L。称取 $(2.542 \pm 0.000\ 2)$ g 于 500 °C ~ 600 °C 干燥至恒量的氯化钠溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶中，至少可稳定 6 个月。

6.7.3 仪器、设备

6.7.3.1 原子吸收光谱仪。

6.7.3.2 钠空心阴极灯。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 校准曲线的绘制

移取钠标准溶液 0.00 mL(空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL，分别置于 50.0 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。此标准系列浓度为 0.00 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、60.0 mg/L、80.0 mg/L，在波长为 330.2 nm 处，调节仪器为最佳工作状态，以水调零，测其吸光度。以测定的吸光度为纵坐标，相对应的钠质量浓度(mg/L)为横坐标，绘制出校准曲线并计算回归方程。

6.7.4.2 试样的测定

称取约 2 g 液体试样或约 1 g 固体试样，称准至 0.2 mg，置于 150 mL 烧杯中。加硝酸溶液 2 mL，盖上表面皿，置于可控电炉(1 000 W)或微波消解电炉上缓慢加热至溶液呈黏稠状。取下表面皿，冷却，消解的全过程约为 15 min。加入少量水，加热，待溶解后，稍冷，置于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。按校准曲线的制作中同等仪器条件，以水为空白调零，测定试样的吸光度。

6.7.5 结果计算

氯化钠含量以质量分数 w_3 计，数值以 % 表示，按式(4)计算：

$$w_3 = \frac{\rho V \frac{M}{M_1} \times 10^{-6}}{m w_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ρ ——从校准曲线或并回归方程中得到的钠的质量浓度的数值，单位为毫克每升(mg/L)；

V ——试样溶液的总体积的数值，单位为毫升(mL)($V=100$)；

M ——氯化钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔[$M(\text{NaCl})=58.44$]；

M_1 ——钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔[$M_1(\text{Na})=22.99$]；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

w_1 ——6.2 测得的固含量的质量分数。

6.7.6 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应不大于 0.05 %。

6.8 筛余物的测定

6.8.1 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。

6.8.2 仪器、设备

6.8.2.1 试验筛：符合 GB/T 6003.1 的规定，规格： $\phi 200\text{ mm} \times 50\text{ mm}$ ，配有 1.00 mm 筛网的筛盘、

180 μm 筛网的筛盘以及筛盖、底盘。

6.8.2.2 振筛机:偏心频率每分钟约 350 次。

6.8.3 分析步骤

将已经称量过的底盘、180 μm 筛网的筛盘、1.00 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)。

6.8.4 结果计算

6.8.4.1 1.00 mm 筛网筛余物以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_2 ——1.00 mm 筛网的筛盘及物料质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——1.00 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)。

6.8.4.2 180 μm 筛网筛余物以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{m_4 - m_3}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

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)。

6.8.5 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应不大于 0.5%。

7 检验规则

7.1 本标准规定的全部指标为出厂检验项目。

7.2 每批产品不超过 25 t。

7.3 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

7.4 采样时样品量不少于 800 g。充分混匀,分装入两个清洁、干燥、带磨口塞的玻璃瓶或聚乙烯瓶中,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。

7.5 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。

7.6 检验结果中如果有一项指标不符合本标准的要求时,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的要求时,整批产品为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 聚二甲基二烯丙基氯化铵包装桶上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名称、产品名称、产品

型号、商标、净质量、批号、生产日期、本标准编号以及 GB/T 191 规定的“向上”标志。

8.2 每批出厂的聚二甲基二烯丙基氯化铵都应附有质量检验报告及质量合格证。

8.3 聚二甲基二烯丙基氯化铵液体产品采用塑料桶包装,每桶净质量 25 kg、1 000 kg 或依顾客要求而定。固体产品采用内衬塑料的编织袋包装,每袋净质量 25 kg 或 750 kg 或依顾客要求而定。

8.4 聚二甲基二烯丙基氯化铵产品运输过程中,应有防日晒及防雨淋措施。装卸时应轻搬轻放,防止包装破损。

8.5 聚二甲基二烯丙基氯化铵产品应存放在干燥通风处,贮存温度为 0℃~35℃,贮存期为 1 年。
