



中华人民共和国国家标准

GB/T 23854—2009

溴 氯 海 因

Bromochloro-5,5-dimethylhydantoin

2009-05-18 发布

2010-02-01 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：山东龙口科达化工有限公司、盐城百瑞特精化有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：姜延益、杨金友、杨衍林、郭登元、朱传俊。

溴 氯 海 因

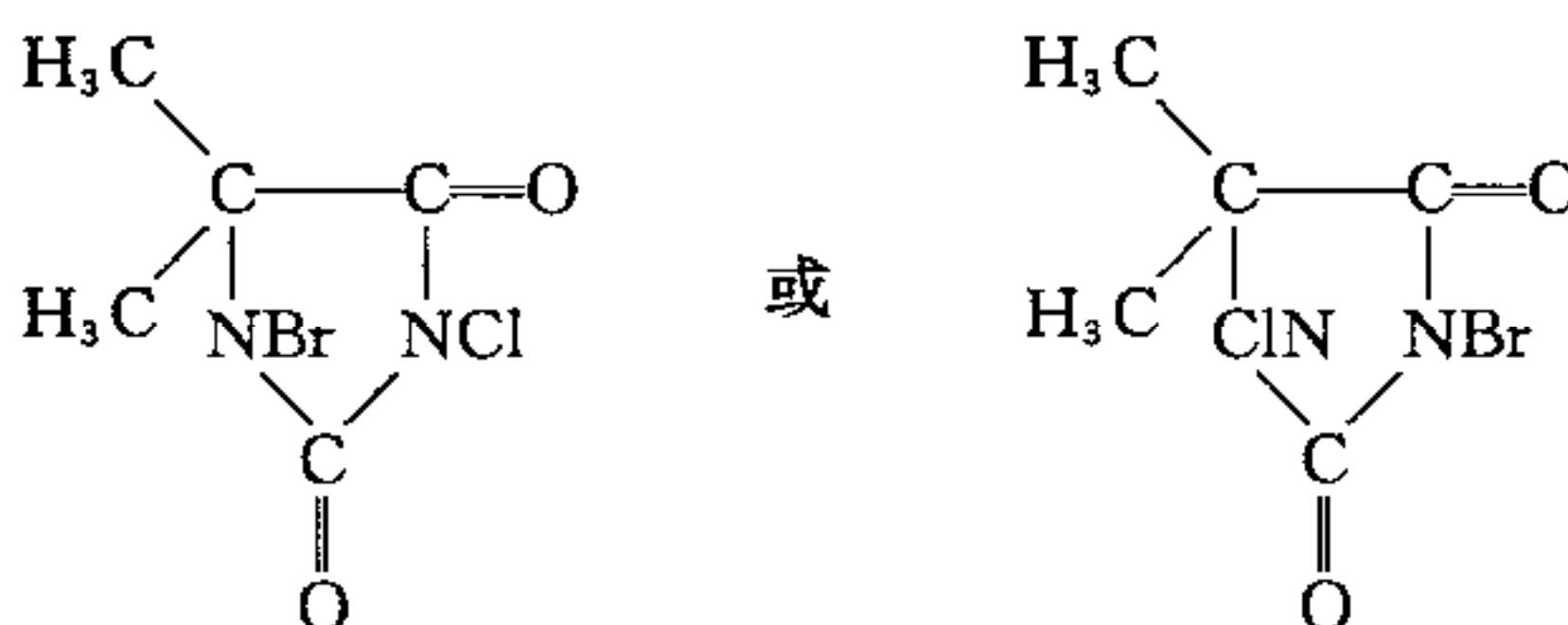
1 范围

本标准规定了溴氯海因的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于由 5,5-二甲基海因经卤代而制得的溴氯海因,主要用于工业循环水、泳池、景观喷泉、医院污水、医疗用具、油田注水、食品加工、宾馆家庭卫生洁具的消毒杀菌灭藻,还可用于保鲜库、气调库杀菌保鲜、水产养殖消毒杀菌、口岸检验检疫处理消毒杀菌及疫区的防疫消毒。

分子式: $C_5H_6BrClN_2O_2$

结构式:



相对分子质量: 241.5(按 2005 年国际相对原子质量)。

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 190 危险货物包装标志

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 1250 极限数值的表示方法和判定方法

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)

GB/T 8946 塑料编织袋

3 技术要求

3.1 外观:白色、类白色结晶粉末。

3.2 溴氯海因应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标	
	优等品	合格品
溴氯海因的质量分数/%	≥ 98.0	≥ 96.0
溴的质量分数/%	31.0~35.0	31.0~35.0

表 1 (续)

项 目	指 标	
	优等品	合格品
氯的质量分数/%	13.0~17.0	13.0~17.0
干燥失重(60℃, 2 h)/%	≤ 0.50	0.80
色度, YID1925	≤ 7.0	—
三氯甲烷不溶物/%	≤ 0.50	—

4 试验方法

本标准所用试剂,除非另有规定,应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、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。

安全提示:本标准使用的强酸具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

4.1 溴氯海因含量的测定

4.1.1 方法提要

试样在酸性介质中与碘化钾反应,析出碘,以淀粉为指示液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,计算溴氯海因含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 硫酸溶液:1+5。

4.1.2.2 碘化钾溶液:100 g/L。

4.1.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.1 mol/L。

4.1.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

4.1.3 分析步骤

称取约 0.15 g 试样,精确至 0.2 mg,置于碘量瓶中。依次加入 20 mL 碘化钾溶液,5 mL 硫酸溶液,用铝箔封口(或用水封),避光振摇(或用磁力搅拌器搅拌)10 min,待试样溶解后用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。近终点时加 1 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色刚好消失为终点,记录所用硫代硫酸钠标准滴定溶液体积 V 。同时做空白试验,记录所用硫代硫酸钠标准滴定溶液体积 V_0 。

4.1.4 结果计算

溴氯海因含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000 - V_0/1\,000)cM/4}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——溴氯海因摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=241.5$)。

4.1.5 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不大于 0.2%。

4.2 氯含量、溴含量的测定

4.2.1 方法提要

试样溶解后,通过水浴加热赶走试样中的溴成分,然后加入过量的硝酸银标准溶液,使之与氯离子生成沉淀,过量的硝酸银溶液以硫酸铁铵作指示剂,用硫氰酸铵标准滴定溶液进行回滴。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 过氧化氢:30%。

4.2.2.2 硝基苯。

4.2.2.3 硝酸溶液:1+3。

4.2.2.4 氢氧化钠溶液:100 g/L。

4.2.2.5 硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约 0.1 mol/L。

4.2.2.6 硫氰酸铵标准滴定溶液: $c(\text{NH}_4\text{SCN})$ 约 0.1 mol/L。

4.2.2.7 硫酸铁铵指示液:80 g/L。

4.2.3 仪器、设备

恒温水浴。

4.2.4 分析步骤

称取 0.3 g 试样,精确至 0.2 mg,置于锥形瓶中。依次加入 50 mL 水、5 mL 氢氧化钠溶液、3 mL 过氧化氢。试样溶解后,加入硝酸溶液 50 mL,在沸水浴上加热至溶液无色(大约 2 h)。用少量水洗涤瓶壁,继续加热 15 min,然后取出锥形瓶。待冷至室温后依次加入 100 mL 水、30.00 mL 硝酸银标准溶液、1 mL 硝基苯、1 mL 硫酸铁铵指示液,摇匀后用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定至溶液呈红色为终点,记录所用硫氰酸铵标准滴定溶液体积 V_N ,同时做空白试验,记录所用硫氰酸铵标准滴定溶液体积 V_0 。

4.2.5 结果计算

4.2.5.1 氯含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0/1\,000 - V_N/1\,000)c_N M}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_0 ——空白试验所用硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_N ——硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_N ——硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氯摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

4.2.5.2 溴含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \left(\frac{w_1}{M_1} \times 2 - \frac{w_2}{M_2} \right) M \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

w_1 ——溴氯海因的质量分数,%;

w_2 ——氯的质量分数,%;

M_1 ——溴氯海因的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=241.5$);

M_2 ——氯摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=35.45$)。

M ——溴的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=79.90$)。

4.2.6 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 0.2%。

4.3 干燥失重的测定

4.3.1 方法提要

试样在真空干燥箱(表压为-0.090 MPa~-0.095 MPa)中(60±2)℃下干燥至恒量时所失去的质量。

4.3.2 仪器、设备

4.3.2.1 真空干燥箱。

4.3.2.2 培养皿:φ110 mm。

4.3.3 分析步骤

将培养皿在真空干燥箱(表压为-0.090 MPa~-0.095 MPa)中(60±2)℃下干燥至恒量并称取质量为 m_0 ,在培养皿中加入试样约 15 g,称取质量为 m_1 (称准至 0.2 mg,粒料或片料要研成粉末),然后放在真空干燥箱中(60±2)℃下烘干 2 h,取出放在干燥器内冷却至室温,称取质量为 m_2 。

4.3.4 结果计算

干燥失重以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——干燥前培养皿与样品质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后培养皿与样品质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——培养皿质量的数值,单位为克(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,平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

4.4 色度的测定

4.4.1 方法提要

该方法是对被测样品直接进行光谱反射率数值的测定,得到被测样品的色度值。

4.4.2 仪器、设备

4.4.2.1 分光测色仪:应满足如下条件。

仪器:45/0。

色标:CIE 颜色范围。

照明:F11。

观察:2°。

指数:YID1925。

4.4.2.2 标准色度校正板。

4.4.3 测定步骤

4.4.3.1 打开测色仪电源开关,拨动键盘选择菜单进行初始化设置。

4.4.3.2 对仪器依次进行零位校正、白板校正,校正完毕后再读取、确认仪器状态的符合性,进行测量参数设置,选择色空间。

4.4.3.3 放好样品,将测色仪的测量口放于样品上,按下测量按钮,灯闪,测量开始,稍等片刻,仪器显示屏上显示出所测样品的色度值。重复以上步骤即可进行第二次测定。

4.4.4 分析结果的表述

以两次测量的色度值的平均值为最后结果。

4.5 三氯甲烷不溶物的测定

4.5.1 试剂和材料

三氯甲烷。

4.5.2 仪器、设备

4.5.2.1 G₄耐酸玻璃过滤器。

4.5.2.2 电磁加热搅拌器。

4.5.2.3 真空泵。

4.5.3 测定步骤

称取试样约 4 g~5 g,精确至 0.2 mg,置于 250 mL 碘量瓶中。加入 150 mL 三氯甲烷,放入磁珠在电磁加热搅拌器上搅拌加热至 30 ℃~40 ℃,待试样完全溶解后(约 5 min~10 min),用已恒量的 G₄ 滤过漏斗进行抽滤,再用 100 mL 三氯甲烷分两次洗涤碘量瓶和磁珠,将洗涤液倒入 G₄ 过滤器抽滤,然后再用 50 mL 三氯甲烷倒入 G₄ 过滤器抽滤洗涤滤渣,最后将含有滤渣的 G₄ 过滤器在 105 ℃~110 ℃烘至恒量。

4.5.4 结果计算

三氯甲烷不溶物的含量以质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2 - 1.478V \times 0.000\ 005}{m} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_1 ——G₄ 过滤器及滤渣的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——G₄ 过滤器的质量的数值,单位为克(g);

V——所用三氯甲烷的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

1.478——三氯甲烷的密度的数值,单位为克每毫升(g/mL);

0.000 005——每克三氯甲烷中蒸发残渣的质量的数值,单位为克(g)。

4.5.5 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不大于 0.02%。

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 溴氯海因产品每批不超过 8 t。

5.4 按 GB/T 6678 规定确定采样单元数。

采样时用采样器插入每袋所装产品高度约 3/4 处取出样品,置瓷盘内经仔细混合均匀后,用四分法缩取试样约 100 g,分装于两个清洁干燥的棕色磨口瓶内,瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名,一瓶作检验用,另一瓶密封保存 3 个月备查。

5.5 按 GB/T 1250 中修约值比较法进行判定。

5.6 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。核验结果有一项不符合本标准的要求时,整批产品为不合格。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 溴氯海因的外包装上应涂刷牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、标准编号以及 GB 190 中规定的“腐蚀性物品”和“氧化剂”标志。

6.2 溴氯海因采用双层包装,内包装采用聚乙烯薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm,包装容积应大于外包装;外包装采用聚丙烯塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的规定。外包装也可用纸板

桶或塑料桶。每袋净质量 25 kg、50 kg(或依顾客要求而定)。

包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,外袋用缝包机缝口,缝线应整齐无漏缝。

6.3 溴氯海因在运输过程中不得与其他货物混装,应有遮盖物,避免雨淋、受潮;并保持包装完整、标志清晰。

6.4 溴氯海因应贮存在干燥、阴凉通风的仓库中,防潮、防曝晒、防止与明火接触。

6.5 溴氯海因的贮存期为 18 个月。

7 安全要求

溴氯海因对皮肤和眼睛有刺激作用和腐蚀作用,操作人员在作业时应戴橡胶耐酸碱手套和防护眼镜、口罩,避免与皮肤直接接触。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
溴 氯 海 因
GB/T 23854—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2009年8月第一版 2009年8月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-38389

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 23854—2009