

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3657-1999

水处理剂 异噻唑啉酮衍生物

Water treatment chemicals—Isothiazolinones

1999-06-16发布

2000-06-01实施

国家石油和化学工业局 发布

前 言

水处理剂异噻唑啉酮衍生物是一种低毒、广谱、非氧化型杀生剂。它的活性物包括 5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮和 2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准负责起草单位：上海未来企业有限公司、中国人民解放军防化研究院北京昌化细化工厂。

本标准参加起草单位：内蒙古百灵精细化工有限公司。

本标准主要起草人：刘昕、邹必佑、周庚元、陶惟胜、高子裕。

中华人民共和国化工行业标准

水处理剂 异噻唑啉酮衍生物

HG/T 3657-1999

Water treatment chemicals—Isothiazolinones

1 范围

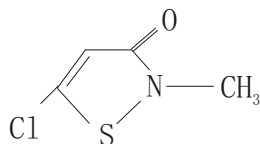
本标准规定了水处理剂 异噻唑啉酮衍生物的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存和安全要求。

该产品主要用作工业水处理中的杀生剂。

水处理剂异噻唑啉酮衍生物中主要包含两种成分：

a) 5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮 (CMI)

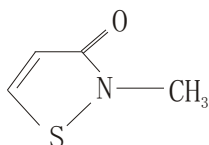
结构式：



相对分子量：149.60（按1995年国际相对原子质量）

b) 2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮 (MI)

结构式：



相对分子量：115.16（按1995年国际相对原子质量）

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191-90 包装储运图示标志

GB/T 601-88 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T 603-88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备（neq ISO 6353-1:1982）

GB/T 1250-89 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678-86 化工产品采样总则

GB/T 6682-92 分析实验室用水规格和试验方法（neq ISO 3696:1986）

3 产品分类

该产品分为两类。

1 类：活性物含量为14%，用于制备活性物含量为1.5%的产品；

2 类：活性物含量为1.4%，用作杀生剂。

4 要求

4.1 外观 1 类产品为棕黄色透明液体； 2 类产品为淡黄色或淡绿色透明液。

4.2 水处理剂异噻唑啉酮衍生物符合表1的要求：

表1 异噻唑啉酮衍生物技术要求

项 目	指 标	
	A 类	B 类
活性物含量 % \geq	14.0	1.50
CMI/MI (质量百分数)	2.5~4.0	2.5~4.0
pH值	2.0~4.0	2.0~5.0
密度 (20℃) $g/cm^3 \geq$	1.30	1.02

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GB/T 6682规定的三级水。

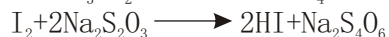
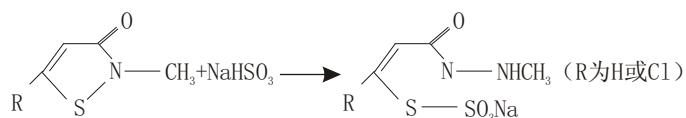
试验中所需标准溶液、制剂和制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 603规定制备。

5.1 活性物含量的测定

5.1.1 方法提要

异噻唑啉酮衍生物与亚硫酸氢钠定量反应，过量的亚硫酸氢钠与碘反应。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

反应如下：



5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液：c (Na₂S₂O₃) 约0.1mol/L。

5.1.2.2 亚硫酸氢钠溶液：c (1/2NaHSO₃) 约0.5mol/L。

称取6.5g亚硫酸氢钠，溶于250mL水中，此溶液有效期3天。

5.1.2.3 碘溶液：c (1/2I₂) 为0.11~0.12mol/L。

5.1.2.4 可溶性淀粉溶液：10g/L。

5.1.3 分析步骤

以减量法称取约1g试样（1类）或约7g试样（2类）（精确至0.0002g），置于预先加有 30mL水的 250mL碘量瓶中，摇匀。用移液管加入10.00mL亚硫酸氢钠溶液，放置60min。

用移液管加入 50.00 mL 碘溶液，立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，溶液呈线黄色时，加入 1~2mL淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失即为终点。

同时进行空白试验。

5.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的活性物含量 (X) 按式 (1) 计算：

$$X = [(v_1 - v_0) c \times 0.0696] / m \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： v_1 ——滴定试液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

v_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m_2 ——试样 r 质量，g；

0.069 6——与 1.00mL硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的异噻唑啉酮衍生物的质量 [按CMI/MI (质量百分数) =3/1计算]。

5.1.5 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，1类产品不大于0.1%，2类产品不大于0.02%。

5.2 CMI/MI (质量百分数的测定)

5.2.1 方法提要

利用CMI、MI两种物质在高效液相色谱固定相上吸附和解吸速度的差异对其进行分离。经紫外检测计检测，计算其比值。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 甲醇。

5.2.2.2 CMI标样、MI标样或含CMI、MI的标样。

5.2.3 仪器、设备

一般实验室仪器和

高效液相色谱仪：配有紫外检测器和数据处理系统。

操作条件：

色谱柱：YWG-C₁₈柱。

流动相：甲醇：水=40/60 (体积比)。

流速：1 mL/min。

检测器波长：254nm。

柱温：30℃。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 标准样品溶液的制备

称取 CMI标准样品约 0.20g，MI标准样品约 0.07g (或称取相应量的含CMI、MI的标准样品) (精确至0.0002g)，置于50mL容量瓶中，加水溶解，稀释到刻度，摇匀。用移液管移取1~5mL，置于25mL容量瓶中，用水稀释到刻度，摇匀备用。

5.2.4.2 相对校正因子的测定

取20 μ L标准样品溶液进行高效液相色谱分析，至少连续进样5次以上。分别积分计算CMI、MI两种标准物的平均峰面积 S_A 、 S_B 。

相对校正因子 $f(A/B)$ 按式(2)计算：

$$f(A/B) = [S_B/S_A] \times [m_A/m_B] \dots\dots\dots (2)$$

式中： S_A ——连续测定5次以上标准样品溶液所得的CMI标准物色谱峰面积的平均值，mm²；

S_B ——连续测定5次以上标准样品溶液所得的MI标准物色谱峰面积的平均值, mm^2 ;

m_A ——CMI标准样品的质量, g;

m_B ——MI标准样品的质量, g;

a——CMI标准样品的纯度, %;

b——MI标准样品的纯度, %;

5.2.4.3 测定

称取约1.0g试样(精确至0.0002g), 1类产品置于500mL容量瓶中, 2类产品置于50mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

取20 μL 试液进行高效液相色谱分析, 至少连续进样3次以上, 分别积分计算CMI、MI组分的平均峰面积 S'_A 、 S'_B 。

5.2.5 分析结果的表述

CMI/MI(质量百分数)按式(3)计算:

$$\text{CMI/MI} = [f(A/B) \times S'_A] / S'_B \dots\dots\dots (3)$$

式中: S'_A ——连续测定3次以上标准样品溶液所得的CMI活性物色谱峰面积的平均值, mm^2 ;

S'_B ——连续测定3次以上标准样品溶液所得的MI活性物色谱峰面积的平均值, mm^2 ;

$f(A/B)$ ——5.2.4.2测得的相对校正因子。

5.2.6 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0.2。

5.3 pH值的测定

5.3.1 仪器、设备

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

5.3.2 分析步骤

将试样倒入250mL烧杯中, 将电极浸入溶液中, 在已定位的酸度计上读出pH值。

5.4 密度的测定

5.4.1 仪器、设备

5.4.1.1 密度计: 分度值为0.001g/cm³。

5.4.1.2 恒温水浴: 温度控制在(20±1)℃。

5.4.1.3 玻璃量筒: 250mL。

5.4.1.4 温度计: 0~50℃, 分度值为1℃。

5.4.2 分析步骤

将试样注入清洁、干燥的量筒内, 不得有气泡, 将量筒置于20℃的恒温水浴中。待温度恒定后, 将清洁、干燥的密度计缓缓地放入试样中, 其下端应离筒底2cm以上, 不得与筒壁接触。密度计的上端露在液面外的部分所沾液体不得超过2~3分度。待密度计在试样中稳定后, 读出密度计弯月面下缘的刻度(标有读弯月面上缘刻度的密度计除外), 即为20℃试样的密度。

6 检验规则

6.1 本标准规定的活性物含量、CMI/MI（质量百分数）、pH、密度等四项指标项目为型式检验项目，在正常生产情况下，三个月至少进行一次型式检验。其中活性物含量、pH、密度等三项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 按GB/T 6678-86中6.6的规定确定采样单元数。

采样时先充分搅匀，用玻璃管或聚乙烯塑料管插入桶深的2/3处采样。总量不少于 1000mL。充分混匀，分装入两个清洁、干燥、带磨口塞的瓶中，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。

6.4 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。核验结果有一项不符合本标准要求时，整批产品不能验收。

6.5 采用GB/T 1250规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

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 水处理剂异噻唑啉酮衍生物的包装桶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、净含量、厂址及GB 191规定的向上标志。

7.2 每批出厂的水处理剂异噻唑啉酮衍生物应附有质量合格证，内容包括：生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净含量、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

7.3 水处理剂异噻唑啉酮衍生物采用聚乙烯塑料桶包装，每桶净含量25kg；或采用铁塑桶包装，每桶净含量125kg、200kg。

7.4 运输时防止曝晒，贮存在通风干燥的库房里。

7.5 水处理剂异噻唑啉酮衍生物的贮存期为十个月。

8 安全要求

水处理剂异噻唑啉酮衍生物具有腐蚀性，当与眼睛、皮肤接触时会造成灼伤，还会引起过敏性皮炎。操作时必须穿防护衣服、戴眼镜和橡皮手套；一旦接触人体必须及时用大量水冲洗。

