



中华人民共和国国家标准

GB/T 23849—2009

二 溴 海 因

1,3-Dibromo-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
中国国家标准化管理委员会 发布

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、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:李延功、姜延益、李纯钢、朱传俊、邵宏谦。

二 溴 海 因

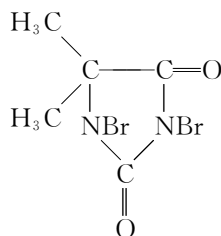
1 范围

本标准规定了二溴海因的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于由 5,5-二甲基海因经溴化而制得的二溴海因,主要用于工业循环水、泳池、景观喷泉、医院污水、医疗器具、水产养殖、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、口岸检验检疫处理消毒杀菌及疫区的防疫消毒。在有机合成化学工业、制药业、橡胶工业上用作溴化剂。

分子式: $\text{C}_5\text{H}_6\text{Br}_2\text{N}_2\text{O}_2$

结构式:



相对分子质量:285.94(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 二溴海因应符合表 1 要求。

表 1

项 目		指 标	
		优等品	合格品
二溴海因(DBDMH)的质量分数/%	≥	98.0	97.0
溴的质量分数(以 Br 计)/%	≥	54.7	54.0

表 1 (续)

项 目	指 标	
	优等品	合格品
氯化物质量分数(以 Cl 计)/%	≤ 0.08	—
溴化钠质量分数/%	≤ 0.80	—
干燥失重(60 ℃, 2 h)/%	≤ 0.50	0.50
色度, YID1925	≤ 10	—
铁质量分数(以 Fe 计)/%	≤ 0.004	—

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,三氧化二砷为剧毒品,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,操作时戴乳胶手套。

4.1 二溴海因含量和溴含量的测定——电位滴定法(仲裁法)

4.1.1 方法提要

试样在酸性条件下氧化碘化物,释放出的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行电位滴定。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 冰乙酸。

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 0.2 mol/L。

4.1.3 仪器、设备

自动电位滴定仪。

4.1.4 分析步骤

称取约 0.2 g 样品,称准至 0.2 mg,于 150 mL 烧杯中,加入约 60 mL 冰乙酸放至自动电位滴定仪上搅拌至样品溶解,然后加入 10 mL 水和 10 mL 碘化钾溶液,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至电位终点。同时做空白试验。

4.1.5 结果计算

4.1.5.1 二溴海因以质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

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

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);
V₀——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——二溴海因摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=285.94)。

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

$$w_2 = \frac{(V/1\,000 - V_0/1\,000)cM_1/2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

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_1 ——溴摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M_1 = 79.90$)。

4.1.6 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0.05%。

4.2 二溴海因含量和溴含量的测定——容量法

4.2.1 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,计算二溴海因含量和溴含量。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 硫酸溶液:1+5。

4.2.2.2 碘化钾溶液:100 g/L。

4.2.2.3 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。

4.2.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

4.2.3 仪器、设备

磁力搅拌器。

4.2.4 分析步骤

称取约0.1 g样品,精确至0.2 mg,置于250 mL碘量瓶中。依次加入碘化钾溶液20 mL,硫酸溶液5 mL,用铝箔封口(或用水封),避光振摇(或用磁力搅拌器避光搅拌)约10 min,待试样全部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,继续滴定至兰色刚刚消失为终点,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 。

4.2.5 结果计算

4.2.5.1 二溴海因以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000 - V_0/1\,000)cM/4}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

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 ——二溴海因摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M = 285.94$)。

4.2.5.2 溴含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{(V/1\,000 - V_0/1\,000)cM_1/2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

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_1 ——溴摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M_1 = 79.90$)。

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 氯化物含量的测定

4.3.1 方法提要

以玻璃电极为参比电极,以银电极为指示电极,用硝酸银标准滴定溶液滴定至出现电位突跃点。即可根据工作电池电动势的变化,确定滴定终点。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 冰乙酸。

4.3.2.2 硝酸溶液:1+1。

4.3.2.3 氢氧化钠溶液:60 g/L。

4.3.2.4 苛性亚砷酸钠溶液:称取6 g 三氧化二砷溶于100 mL 氢氧化钠溶液中。

4.3.2.5 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约0.1 mol/L。

4.3.3 仪器、设备

自动电位滴定仪。

4.3.4 分析步骤

称取约0.5 g 样品,精确至0.2 mg,置于150 mL 烧杯中,加入60 mL 去离子水。缓慢加入10 mL 苛性亚砷酸钠溶液和10 mL 冰乙酸并放至自动电位滴定仪上搅拌直至样品溶解。然后加入5 mL 硝酸溶液,用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定,直至出现第一突跃点和第二突跃点。

4.3.5 结果计算

氯化物以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{(V_2/1\,000 - V_1/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

V_2 ——第二突跃点消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——第一突跃点消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银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 ——氯化物摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M = 35.45$)。

4.3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定的结果的绝对差值不大于0.005%。

4.4 溴化钠含量的测定

4.4.1 方法提要

试样与亚砷酸钠溶液反应,然后用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定,测出试样中的总溴含量,从总溴中减去电位滴定法测定的溴含量,计算出溴化钠的含量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 乙酸。

4.4.2.2 亚砷酸钠溶液:称取60 g NaOH 溶于1 000 mL 去离子水中,然后再加入60 g As_2O_3 使之溶解。

4.4.2.3 硝酸钡溶液:称取65 g $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 溶于1 000 mL 去离子水中。

4.4.2.4 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约0.1 mol/L。

4.4.2.5 溴甲酚绿指示液:1 g/L。

4.4.3 分析步骤

称取约 0.2 g 样品,精确至 0.2 mg,于 100 mL 烧杯中缓慢加入 10 mL 亚砷酸钠溶液并放至自动电位滴定仪上搅拌约 5 min,然后加 3~5 滴溴甲酚绿指示液,用乙酸酸化至溶液呈黄绿色(pH 约为 5),再加 10 mL 硝酸钡溶液。用硝酸银标准滴定溶液进行电位滴定。

4.4.4 结果计算

4.4.4.1 二溴海因中总溴含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

V ——试样消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银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 ——溴摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=79.90$)。

4.4.4.2 溴化钠含量以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_5 = \frac{(w_4 - w_2)M_1}{M_2} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

w_4 ——二溴海因中总溴含量的质量分数;

w_2 ——二溴海因中溴含量质量分数;

M_1 ——溴化钠摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=102.9$);

M_2 ——溴摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=79.90$)。

4.4.5 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%。

4.5 干燥失重的测定

4.5.1 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。

4.5.2 仪器、设备

4.5.2.1 真空干燥箱。

4.5.2.2 培养皿: $\phi 110$ mm。

4.5.3 实验步骤

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 。

4.5.4 结果计算

干燥失重以质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

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)。

4.5.5 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%。

4.6 色度的测定

4.6.1 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。

4.6.2 仪器、设备

4.6.2.1 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。

4.6.2.2 标准色度校正板

4.6.3 测定步骤

4.6.3.1 打开测色仪电源开关,拨动键盘选择菜单进行初始化设置。

4.6.3.2 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。

4.6.3.3 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。

4.6.4 结果计算

以两次测量的色度值的平均值为最后结果。

4.7 铁含量的测定

4.7.1 原理

用盐酸羟胺将试样溶液中的 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} ,在pH为4.5的缓冲溶液体系中, Fe^{2+} 同1,10-菲啰啉生成橙红色络合物,用分光光度计测定吸光度。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 盐酸。

4.7.2.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈4.5。

4.7.2.3 亚砷酸钠溶液:60 g/L。

称取6 g三氧化二砷溶于100 mL 1.5 mol/L的氢氧化钠溶液中。

4.7.2.4 盐酸羟胺溶液:10 g/L

称取1 g盐酸羟胺,溶于水,用水稀释至100 mL。

4.7.2.5 铁标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

4.7.2.6 铁标准溶液:0.01 mg/mL

准确量取铁标准贮备溶液,用水稀释10倍。该溶液使用前配制。

4.7.2.7 1,10-菲啰啉溶液:2 g/L。

4.7.2.8 对硝基酚溶液:2.5 g/L。

4.7.3 仪器、设备

分光光度计:配有比色皿。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 校准曲线绘制

移取铁标准溶液0.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL分别置于6个100 mL容量

瓶中,向每个瓶中分别加入 5 mL 盐酸羟胺,10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 5 mL 1,10-菲罗啉指示液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 15 min。以不加铁标准溶液的空白溶液调零,在波长 510 nm 处,选用合适的比色皿,测定各溶液的吸光度。以铁含量为横坐标,与其对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

4.7.4.2 测定

称取约 1 g 样品,精确至 0.2 mg,置于 200 mL 烧杯中。然后依次加入 10 mL 水、20 mL 亚砷酸钠溶液,同时摇动烧杯使样品溶解,再放至电炉上加热煮沸 3 分钟,冷却后加 2~3 滴对硝基酚指示剂,用盐酸中和至黄色消失为止,再过量 1 mL 盐酸,使溶液 pH 约为 2,然后移入 100 mL 容量瓶中,依次加入 5 mL 盐酸羟胺、10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液及 5 mL 1,10-菲罗啉溶液,用水稀释至刻度、摇匀,静置 15 min。用适宜的比色皿在波长 510 nm 处,用空白溶液调零,测定溶液的吸光度。同时做空白试验。

4.7.5 结果计算

铁含量以质量分数 w_7 计,数值以 % 表示,按式(9)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m_1 ——由校准曲线查得的试样中铁的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

4.7.6 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 0.000 5%。

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 二溴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,以四分法缩取试样约 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。

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 二溴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 二溴海因采用双层包装,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。外包装也可采用纸板桶或塑料桶。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 二溴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 二溴海因应贮存在干燥、阴凉通风的仓库中,防潮、防曝晒、防止与明火接触。

6.5 二溴海因的贮存期为 18 个月。

7 安全要求

二溴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。
