

ICS 71.100.40
G 77

Q/SH

中国石油化工集团公司企业标准

Q/SH 0373—2010

水处理剂 异噻唑啉酮衍生物技术要求



2010-06-28 发布

2010-09-01 实施

中国石油化工集团公司 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由中国石油化工股份有限公司科技开发部提出并归口。

本标准起草单位：中国石油化工股份有限公司北京化工研究院燕山分院。

本标准主要起草人：张建枚、樊大勇、白桦、于丽华、马焕平、董丽艳。

水处理剂 异噻唑啉酮衍生物技术要求

1 范围

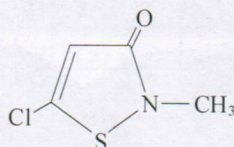
本标准规定了水处理剂异噻唑啉酮衍生物的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、安全。

该产品主要作为循环冷却水中的杀生剂使用,用于有效控制菌藻生长,提高热交换效率,减缓设备腐蚀和结垢。

水处理剂异噻唑啉酮衍生物中主要含两种活性物组分:

a) 5-氯-2-甲基-3-异噻唑啉酮 (CMI)

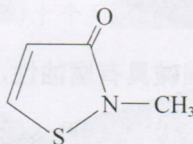
结构式:



相对分子质量: 149.60 (按2007年国际相对原子质量)

b) 2-甲基-3-异噻唑啉酮 (MI)

结构式:



相对分子质量: 115.16 (按2007年国际相对原子质量)

本标准适用于水处理剂异噻唑啉酮衍生物的准入、采购、质量监督检验、入库验收和性能评价。

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,仅所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 191—2008,ISO 780—1997,MOD)

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 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

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 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 22592 水处理剂 pH值测定方法通则

GB/T 22594 水处理剂 密度测定方法通则

HG/T 3657—2008 水处理剂 异噻唑啉酮衍生物

3 产品分类

该产品分为两类。

I类:活性物含量为大于14.0%,用于作杀生剂,也可用于制备低活性物含量的产品。

II类:活性物含量为大于1.50%,用于作杀生剂。

4 要求

水处理剂异噻唑啉酮衍生物的技术要求应符合表1的规定。

表1 异噻唑啉酮衍生物技术要求

项 目		指 标	
		I 类	II 类
外观		棕黄色透明液体	淡绿色或淡黄色透明液体
活性物的质量分数/%	≥	14.0 (高效液相色谱法); 15.0 ^a (氧化还原滴定法)	1.50 (高效液相色谱法); 1.70 ^a (氧化还原滴定法)
CMI/MI(质量比)		2.7~3.4	
pH(原液)		2.0~4.0	3.0~5.0
密度(20℃)/(g/cm ³)	≥	1.30	1.02
^a 适用于以碱土金属盐、硝酸盐、铜盐等为稳定剂的产品。			

5 试验方法

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682所规定的三级水。

除非另有说明,在分析中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603规定制备。

安全提示:本标准所使用的强酸、强碱具有腐蚀性,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。

5.1 外观的测定

目测。

5.2 活性物含量的测定

5.2.1 高效液相色谱法(仲裁法)

按附录A的规定进行。

5.2.2 氧化还原滴定法

按HG/T 3657—2008中5.1.2规定进行。

5.3 CMI/MI(质量比)的测定

按附录B的规定进行。

5.4 pH值的测定

按GB/T 22592规定的方法进行。

5.5 密度的测定

按GB/T 22594—2008中第3章规定的方法进行。

6 检验规则

6.1 检验分类和检验项目

水处理剂 异噻唑啉酮衍生物产品的检验分为准入、入库、抽查和仲裁检验四类。

a) 准入检验项目为规定的所有项目;

b) 入库检验项目为活性物含量（氧化还原滴定法）、pH值、密度；

c) 抽查检验项目为CMI/MI；

d) 仲裁检验项目为活性物含量（高效液相色谱法）、CMI/MI。

6.2 每批入厂的产品应附产品检验报告单和产品合格证，由质量检验部门按本标准要求进行检查。

6.3 产品按批进行检验，以出厂的批为单位组批。

6.4 按GB/T 6678 第7.6条的规定确定采样单元数。

采样时先充分搅匀，用玻璃或聚乙烯塑料取样管插入桶深三分之二处采样，总量不少于1000 mL，充分混匀，分装于两个清洁、干燥的塑料瓶中，密封，瓶上贴标签，注明：生产厂家、产品名称、批号、采样日期和地点、采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存三个月备查。

6.5 按GB/T 8170 中修约值比较法进行判定。

6.6 检验结果如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进行检验，检验结果有一项指标不符合本标准的要求时，整批产品不合格。

6.7 当供需双方因产品质量发生异议时，可按照《中华人民共和国产品质量法》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、清晰的标志，内容包括：生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、产品质量符合本标准的证明及标准命名和本标准编号、厂址及GB/T 191规定的“向上”和“怕热”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、质量数据、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明及标准命名及本标准编号。

7.3 水处理剂 异噻唑啉酮衍生物采用聚乙烯塑料桶包装，每桶净重25 kg、200 kg、250 kg或1000 kg。

7.4 运输时严防曝晒，贮存在阴凉、通风干燥的库房里。避免与强碱并贮混运。

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

水处理剂异噻唑啉酮衍生物对皮肤和眼睛具有腐蚀性和刺激性，操作人员进行作业时戴防护手套和眼镜，避免与皮肤直接接触。

附 录 A

(规范性附录)

活性物含量的测定 高效液相色谱法

A.1 范围

本附录规定了水处理剂异噻唑啉酮衍生物中活性物含量测定的高效液相色谱法。

本方法适用于水处理剂异噻唑啉酮衍生物中活性物含量的测定。

A.2 方法提要

水处理剂异噻唑啉酮衍生物中主要含有 5-氯-2-甲基-3-异噻唑啉酮(CMI)、2-甲基-3-异噻唑啉酮(MI)。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, 计算其含量和氯比。

A.3 试剂和材料

A.3.1 甲醇溶液: 20%(体积分数)水溶液。

A.3.2 CMI 标准样品(纯度 $\geq 99.5\%$)、MI 标准样品(纯度 $\geq 99.5\%$)或含 CMI、MI 的标样。

A.4 仪器和设备

一般试验室仪器和

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: ODS-C₁₈ 柱, 填料粒径 5 μm , 柱长 25 cm, 柱径 4.6 mm。

流动相: 甲醇/水=40/60(体积比), 流速 1 mL/min。

UV 检测器波长: 254 nm, 0.005 AVFS。

柱温: 30℃。

A.5 分析步骤

A.5.1 标准样品溶液的制备

称取 CMI 标准物 0.20 g, MI 标准物 0.07 g(或称取相应量的含 CMI、MI 的标准样品), 精确到 0.0002 g, 转移到 50 mL 容量瓶中, 用甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀备用。用移液管移取 1 mL~5 mL 到 25 mL 容量瓶中, 用甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀备用。

A.5.2 校正因子的测定

移取 20 μL 标准样品溶液, 进行高效液相色谱仪分析, 至少连续进样五次以上。分别积分计算出 CMI、MI 两种标准物的平均峰面积 S_{CMI} , S_{MI} 。

A.5.3 校正因子的计算

CMI 标准物校正因子以 $f_w(\text{CMI})$ 计, 数值以克每单位面积表示。按式(A.1)计算:

$$f_w(\text{CMI}) = \frac{m_{\text{CMI}} \times a}{S_{\text{CMI}}} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

S_{CMI} ——连续测定五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;

m_{CMI} ——标准物 CMI 质量的准确值, 单位为克(g);

a ——标准物 CMI 的纯度, %。

MI 标准物校正因子以 $f_w(\text{MI})$ 计, 数值以克每单位面积表示。按式 (A.2) 计算:

$$f_w(\text{MI}) = \frac{m_{\text{MI}} \times b}{S_{\text{MI}}} \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

S_{MI} ——连续测定五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;

m_{MI} ——标准物 MI 质量的准确数值, 单位为克 (g);

b ——标准物 MI 的纯度, %。

A.5.4 试样溶液的制备

称取 I 类试样约 0.5 g, 精确到 0.0002 g, 移入 500 mL 容量瓶中, 用甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 备用。

称取 II 类试样约 0.5 g, 精确至 0.0002 g, 移入 50 mL 容量瓶中, 用甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 备用。

A.5.5 试样的测定

移取 20 μL 试样溶液进行高效液相色谱仪分析, 至少连续进样三次以上。分别积分计算出活性物 CMI、MI 的平均峰面积 S'_{CMI} , S'_{MI} 。

A.6 结果计算

A.6.1 CMI 含量以质量 m'_{CMI} 计, 数值以克表示。按式 (A.3) 计算:

$$m'_{\text{CMI}} = S'_{\text{CMI}} \times f_w(\text{CMI}) \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中:

S'_{CMI} ——连续测定三次以上试样溶液所得的 CMI 含量色谱峰面积的平均值。

A.6.2 MI 含量以质量 m'_{MI} 计, 数值以克表示。按式 (A.4) 计算:

$$m'_{\text{MI}} = S'_{\text{MI}} \times f_w(\text{MI}) \dots\dots\dots (\text{A.4})$$

式中:

S'_{MI} ——连续测定三次以上试样溶液所得的 MI 含量色谱峰面积的平均值。

A.6.3 活性物含量以质量分数 w_1 计, 数值以%表示。按式 (A.5) 计算:

$$w_1 = \frac{m'_{\text{CMI}} + m'_{\text{MI}}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (\text{A.5})$$

式中:

m'_{CMI} ——试样中 CMI 的质量, 单位为克 (g);

m'_{MI} ——试样中 MI 的质量, 单位为克 (g);

m ——试料的质量的数值, 单位为克 (g)。

A.7 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超过 0.2%。

附录 B
(规范性附录)

CMI/MI (质量比) 的测定

B.1 范围

本附录规定了水处理剂 异噻唑啉酮衍生物中CMI/MI (质量比) 测定的试验方法。

本方法适用于水处理剂 异噻唑啉酮衍生物中CMI/MI (质量比) 的测定。

B.2 CMI/MI(质量比)按式 (B.1) 计算:

$$\text{CMI/MI} = \frac{m'_{\text{CMI}}}{m'_{\text{MI}}} \quad \text{..... (B.1)}$$

式中:

m'_{CMI} ——试样中 CMI 的质量;

m'_{MI} ——试样中 MI 的质量。

中国石油化工集团公司
企 业 标 准
水处理剂 异噻唑啉酮衍生物技术要求
Q/SH 0373—2010

*

中国石化出版社出版发行

地址：北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编：100011 电话：(010) 84271850

石化标准编辑部电话：(010) 84289937

读者服务部电话：(010) 84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail: press@sinopec.com.cn

北京金明盛印刷有限公司印刷

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字

2010 年 8 月第 1 版 2010 年 8 月第 1 次印刷

*

书号：155114·0221 定价：15.00 元

(购买时请认明封面防伪标识)