

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号: 45333—2014

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3753—2014

代替 HG/T 3753 2004

6-溴-2,4-二硝基苯胺

6-Brm-2,4-dinitroaniline

2014-05-12 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 3753—2004《6-溴-2,4-二硝基苯胺》，与 HG/T 3753—2004 相比除编辑性修改外主要技术变化如下：

——增加了 CAS RN(见 1)；

增加了质量要求的等级，指标分为优等品和合格品两个等级(见 3,2004 年版的 3)；

修改了控制指标(见 3,2004 年版的 3)；

修改了液相色谱定量方法，由峰面积外标法修改为峰面积归一化法(见 5.3,2004 年版的 5.3)；

修改了液相色谱检测波长，由 254 nm 修改为 345 nm(见 5.3,2004 年版的 5.3)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC134)归口。

本标准起草单位：河南洛染股份有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人：邓宏波、季浩、杨杰民。

本标准于 2004 年 12 月首次发布，本次为第一次修订。

6-溴-2,4-二硝基苯胺

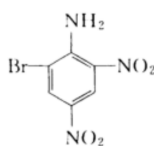
警告:使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 6-溴-2,4-二硝基苯胺的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于 6-溴-2,4-二硝基苯胺的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_6H_4BrN_3O_4$

相对分子质量: 262.02 (按 2009 年国际相对原子质量)

CAS RN: 1817-73-8

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 2386 2006 染料及染料中间体 水分的测定

GB/T 2384 染料中间体 熔点范围测定通用方法

GB/T 6678 2003 化工产品采样总则

GB/T 6682 2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696:1987)

GB/T 8170 2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

6-溴-2,4-二硝基苯胺的质量应符合表 1 的要求。

表 1 6-溴-2,4-二硝基苯胺的质量要求

项 目	指 标		试验方法
	优等品	合格品	
(1) 外观	黄色粉末		5.2
(2) 6-溴-2,4-二硝基苯胺的纯度/% \geq	99.0	98.0	5.3
(3) 干品初熔点/℃ \geq	149.0	148.0	5.4
(4) 水分的质量分数/% \leq	1.0	1.0	5.5

4 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678 2003 中 7.6 的规

定,所采样品的包装必须完好,采样时勿使外界杂质落入产品中。采样时用探管采取包括上、中、下三部分的样品,所采样品总量不少于 500 g。将采取的样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、密封良好的容器中,其上粘贴标签。注明:产品名称、产品批号、生产厂名称、取样日期、取样地点。一个供检验,另一个保存备查。

5 试验方法

5.1 一般规定

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 2008 规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170 2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

5.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

5.3 6-溴-2,4-二硝基苯胺纯度的测定

5.3.1 方法原理

采用反相高效液相色谱法,在 C_{18} 柱上以甲醇和水为流动相分离 6-溴-2,4-二硝基苯胺及其有机杂质,经紫外检测器(345 nm)检测,用峰面积归一化法计算 6-溴-2,4-二硝基苯胺的纯度。

5.3.2 仪器设备

5.3.2.1 液相色谱仪:输液泵,流量范围 0.1 mL/min~5.0 mL/min,在此范围内其流量稳定性为 $\pm 1\%$;检测器,多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器。

5.3.2.2 色谱柱:长为 150 mm、内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C_{18} ODS 5 μm 。

5.3.2.3 色谱工作站或积分仪。

5.3.2.4 超声波发生器。

5.3.3 试剂和溶液

5.3.3.1 甲醇:色谱纯。

5.3.3.2 水:经 0.45 μm 滤膜过滤。

5.3.4 色谱操作条件

5.3.4.1 流动相:甲醇与水的体积比为 60:40。

5.3.4.2 波长:345 nm。

5.3.4.3 流量:1.0 mL/min。

5.3.4.4 进样量:20 μL 。

5.3.4.5 柱温:常温。

可根据不同仪器设备选择最佳分析条件,流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。

5.3.5 试样溶液的制备

称取 6-溴-2,4-二硝基苯胺试样约 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度,混合均匀。

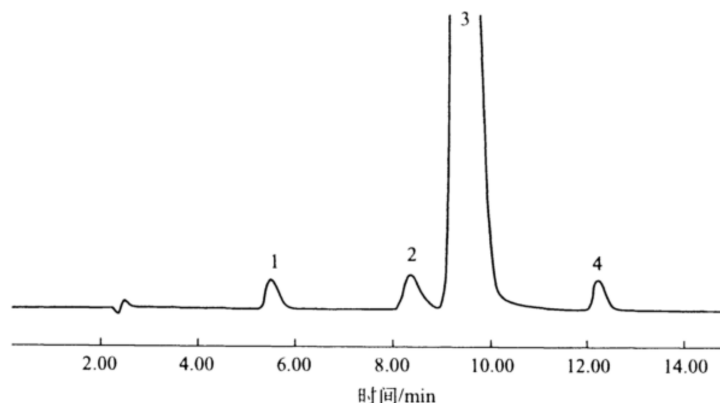
用移液管吸取上述试样溶液 1.00 mL,置于 10 mL 容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,混合均匀。此溶液为试样溶液。

5.3.6 测定步骤

待仪器运行稳定后,用微量注射器吸取试样溶液注入进样阀,待组分流出色谱图(色谱图见图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.3.7 色谱图

色谱图见图 1。



说明：

- 1——未知杂质 1；
- 2——6-氯-2,4-二硝基苯胺；
- 3——6-溴-2,4-二硝基苯胺；
- 4——未知杂质 2。

图 1 6-溴-2,4-二硝基苯胺色谱示意图

5.3.8 结果计算

6-溴-2,4-二硝基苯胺纯度以 w 计,数值用%表示,按公式(1)计算:

$$w = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A 6-溴-2,4-二硝基苯胺的峰面积数值;

$\sum A_i$ 6-溴-2,4-二硝基苯胺试样中各组分的峰面积数值之和。

5.3.9 允许差

6-溴-2,4-二硝基苯胺纯度平行测定结果之差应不大于 0.50 %,取其算术平均值作为测定结果。

5.4 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384 的规定进行。传热液体使用硅油。

5.5 水分的测定

按 GB/T 2386—2006 中 3.2 烘干法的规定进行。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

6-溴-2,4-二硝基苯胺应由生产厂的质量检验部门进行检验,合格后附合格证明方可出厂。生产厂应保证所有出厂的 6-溴-2,4-二硝基苯胺均符合本标准的要求。

6.3 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的规定时,应重新自两倍量的包装中取样进行检验,重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志

6-溴-2,4-二硝基苯胺的每个包装容器上都应涂印耐久、清晰的标志,标志内容至少应有:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂名称、地址;
- c) 生产日期;
- d) 生产许可证编号和标志(如适用);
- e) 净含量。

7.2 标签

产品应有标签,标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、批号和等级。

7.3 包装

6-溴-2,4-二硝基苯胺用内衬塑料袋的编织袋包装,每袋净含量 $50\text{ kg} \pm 0.5\text{ kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

运输时应轻取轻放,防止日晒、碰撞和雨淋。

7.5 贮存

贮存时应远离火源,放置于阴凉、干燥处。

中华人民共和国

化工行业标准

6-溴-2,4-二硝基苯胺

HG/T 3753—2014

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数12.8千字

2014年9月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1745

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00元

版权所有 违者必究