

ICS 71.100.01; 87.060.10
G 56; G 57
备案号: 65234~65237—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5484~5487—2018

荧光增白剂 OB-3、2-甲氧基-5-甲基苯胺-
4-羟乙基砒硫酸酯、2-氰基-4-硝基-6-溴
苯胺和 3-氨基-5-硝基-2,1-苯并异噻唑
(2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5484—2018	荧光增白剂 OB-3	(1)
HG/T 5485—2018	2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砒硫酸酯	(13)
HG/T 5486—2018	2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺	(25)
HG/T 5487—2018	3-氨基-5-硝基-2,1-苯并异噻唑	(35)

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 56

备案号: 65236—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5486—2018

2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺

2-Cyano-4-nitro-6-bromoaniline

2018-10-22 发布

2019-04-01 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 给出的规则起草。

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：河北嘉泰化工科技有限公司、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：房永法、蒲爱军、陈泽海、胡彦冰。

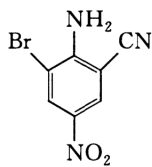
2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺

1 范围

本标准规定了 2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺的要求、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 2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺产品的质量控制。

结构式：



分子式：C₇H₄BrN₃O₂

相对分子质量：242.03（按 2015 年国际相对原子质量）

CAS RN：17601-94-4

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—2014 染料及染料中间体 水分的测定

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

GB/T 21876—2015 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

3 要求

2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺的质量要求

序号	项 目	指 标		试验方法 章条号
		优等品	合格品	
1	外观	黄色粉末		5.3
2	2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺纯度/%	≥98.00	≥97.00	5.4
3	2-氰基-4-硝基苯胺含量/%	≤1.00	≤2.00	5.4
4	水分质量分数/%	≤1.00	≤2.00	5.5
5	灰分质量分数/%	≤0.50	≤0.50	5.6

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。所采产品的包装必须完好，采样时应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，所采样品总量应不少于 100 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、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 警告

使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。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。

5.2 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 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

5.3 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

5.4 2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺纯度和 2-氰基-4-硝基苯胺含量的测定

5.4.1 测定原理

采用高效液相色谱法对 2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺及其有机杂质进行分离，使用紫外检测器进行检测，2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺纯度和 2-氰基-4-硝基苯胺含量用峰面积归一化法定量。

5.4.2 仪器设备

5.4.2.1 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——PDA 检测器或可变波长紫外分光检测器或具有同等性能的紫外分光检测器。

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

5.4.2.3 色谱工作站或积分仪。

5.4.2.4 超声波发生器。

5.4.2.5 微量注射器或自动进样器。

5.4.2.6 分析天平：感量 $\pm 0.1\text{ mg}$ 。

5.4.2.7 微孔过滤膜（水相）：孔径为 0.45 μm 。

5.4.2.8 针式过滤器：孔径为 0.45 μm 。

5.4.3 试剂和溶液

5.4.3.1 甲醇：色谱纯。

5.4.3.2 水：微孔过滤膜（水相）过滤。

5.4.4 色谱分析条件

5.4.4.1 流动相：甲醇与水的体积比=60：40。

5.4.4.2 检测波长：254 nm。

5.4.4.3 流量：1.0 mL/min。

5.4.4.4 柱温：35℃。

5.4.4.5 进样量：10 μL。

5.4.5 试样溶液的制备

称取约 0.02 g 试样（精确至 0.000 1 g）于 25 mL 容量瓶中，加入甲醇稀释定容，超声助溶，冷却至室温备用。进样前用针式过滤器过滤。

5.4.6 测定步骤

可根据仪器设备不同选择最佳分析条件，流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。开启色谱仪。待仪器运行稳定后，进试样溶液。待出峰完毕后，用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.4.7 结果计算

2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺纯度和 2-氰基-4-硝基苯胺含量以 w_i 计，按公式（1）计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i ——2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺和 2-氰基-4-硝基苯胺的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样溶液中 2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺及其有机杂质的峰面积之和。

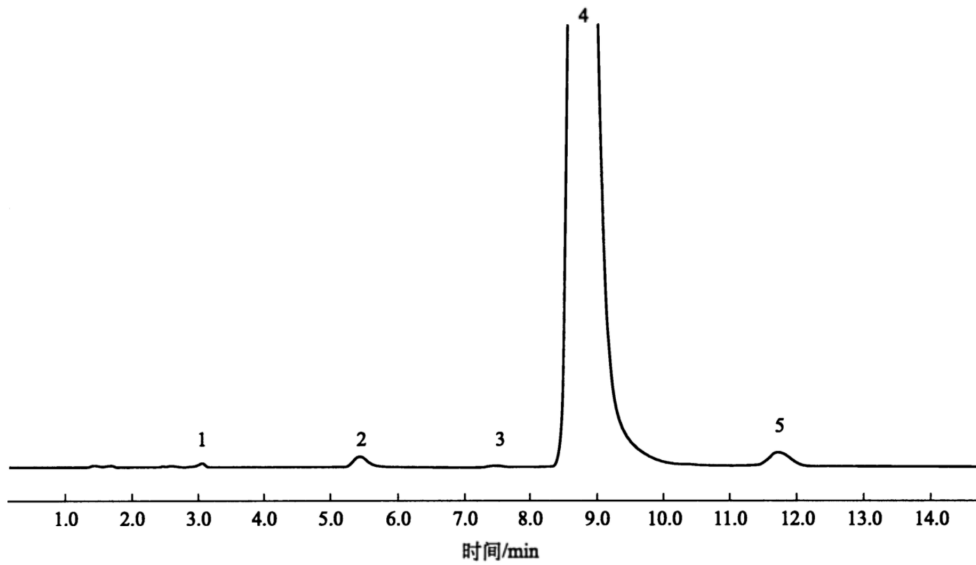
计算结果保留到小数点后 2 位。如结果小于 0.01 %，则保留 1 位有效数字。

5.4.8 允许差

2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺的纯度两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.50 %，2-氰基-4-硝基苯胺两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.10 %，取其算术平均值作为测定结果。

5.4.9 色谱示意图

色谱示意图见图 1。



说明：

- 1——未知物；
- 2——2-氨基-4-硝基苯胺；
- 3——未知物；
- 4——2-氨基-4-硝基-6-溴苯胺；
- 5——未知物。

图 1 2-氨基-4-硝基-6-溴苯胺气相色谱示意图

5.5 水分含量的测定

按 GB/T 2386—2014 中 3.2 的规定进行。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.05 %（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

5.6 灰分含量的测定

按 GB/T 21876—2015 的有关规定进行，灼烧温度 $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.05 %（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的项目均为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

2-氨基-4-硝基-6-溴苯胺应由生产厂的质量检验部门进行检验合格，附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的 2-氨基-4-硝基-6-溴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，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

2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺的每个包装上都应涂上牢固、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) 净含量。

7.2 标签

2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺产品应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号和批号。

7.3 包装

2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺用内衬塑料袋的编织袋包装并密封，每件净含量 $25\text{ kg} \pm 0.2\text{ kg}$ ，其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺运输时应防止曝晒和雨淋。搬运中需小心轻放。

7.5 贮存

2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺应贮存于阴凉、干燥并具有良好通风的库房内，切勿曝晒和雨淋，并远离火源和热源。

中华人民共和国

化工行业标准

荧光增白剂 OB-3、2-甲氧基-5-甲基苯胺-
4-羟乙基砒硫酸酯、2-氰基-4-硝基-6-溴苯胺
和 3-氨基-5-硝基-2,1-苯并异噻唑
(2018)

HG/T 5484~5487—2018

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 3¼ 字数 66.2 千字

2019 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·2616

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：50.00 元

版权所有 违者必究