

ICS 71. 100. 35  
G 77  
备案号:41858—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4539—2013

---

### 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇(布罗波尔)

2-Bromo-2-nitropropane-1,3-diol

2013-10-17 发布

2014-03-01 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。

本标准使用重新起草法参考《英国药典 2009—专著：医学和制药物质—布罗波尔》(British Pharmacopoeia 2009—monographs: medical and pharmaceutical substances—Bronopol)编制。本标准与《英国药典 2009—专著：医学和制药物质—布罗波尔》的一致性程度为非等效。

本标准与《英国药典 2009—专著：医学和制药物质—布罗波尔》的主要技术差异如下：

- 熔点的技术指标由“大约 130 ℃”更改为“127.0 ℃~131.0 ℃”；
- 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇含量检验方法增加了高效液相色谱法；
- 水分检验方法除电量反滴定法(Appendix IX C, Method I B)外,增加了直接电量滴定法。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会(SAC/TC63/SC5)归口。

本标准负责起草单位：山东润鑫精细化工有限公司、中海油天津化工研究设计院、深圳市华测检测有限公司、中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、天津出入境检验检疫局工业产品安全技术中心。

本标准主要起草人：米超杰、白莹、朱平、谢文州、李秀平、崔旭东。

## 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇(布罗波尔)

**警告:**本产品可能引起人体过敏,本标准中使用的有机试剂如乙腈有毒,检验操作人员应佩戴橡胶手套、口罩、防护眼镜等。本标准使用的强酸、强碱具有较强的化学腐蚀性,操作时应按规定要求佩戴防护器具,避免接触皮肤和衣服。若被溅到,应立即用大量水冲洗,严重时应立即就医。

### 1 范围

本标准规定了 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇(布罗波尔)的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇(布罗波尔)产品。该产品主要用于工业循环冷却水、涂料、木材等领域的杀菌灭藻。

### 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 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—2002 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 6040—2002 红外光谱分析方法通则

GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6678 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 7531—2008 有机化工产品灼烧残渣的测定

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

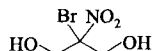
GB/T 21781—2008 化学品的熔点及熔融范围试验方法 毛细管法

GB/T 22592—2008 水处理剂 pH 值测定方法通则

### 3 分子式及结构式

分子式:  $C_3H_6BrNO_2$

结构式:



相对分子质量:199.96(按 2011 年国际相对原子质量)

### 4 要求

4.1 外观:白色或类白色结晶或结晶性粉末。

4.2 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇(布罗波尔)按相应的试验方法测定应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指标	检验方法
熔点/℃	127.0~131.0	5.3
2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇含量(以无水物计)/% $\geq$	99.0	5.4
2-甲基-2-硝基-1,3-丙烷二醇含量/% $\leq$	0.2	5.4
三(羟甲基)硝基甲烷含量/% $\leq$	0.5	5.4
其他单一杂质含量/% $\leq$	0.2	5.4
水分/% $\leq$	0.5	5.5
灼烧残渣/% $\leq$	0.1	5.6
pH 值(10 g/L 水溶液)	5.0~7.0	5.7

## 5 试验方法

### 5.1 通则

本标准所用试剂和水,除非另有规定,应使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品,除另有规定外,均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

### 5.2 鉴别

取 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇试样 1 mg~2 mg,溴化钾 300 mg~400 mg。按照 GB/T 6040—2002 中 5.3.1 压片法进行制样,GB/T 6040—2002 中 6.2 进行操作,本品的红外吸收光谱应与 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇的标准红外吸收光谱一致。2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇的标准红外吸收光谱图参见附录 A 中图 A.1。

### 5.3 熔点的测定

取适量已于(70±2)℃烘干至恒量的 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇试样,将其研磨成细粉后,按 GB/T 21781 的规定进行测定。

### 5.4 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇和杂质含量的测定

#### 5.4.1 沉淀滴定法(仲裁法)

##### 5.4.1.1 方法提要

2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇在碱性条件下经镍铝合金催化作用充分水解,释放出溴离子。在酸性条件下定量加入过量的硝酸银溶液生成溴化银沉淀,以硫酸铁(Ⅲ)铵作指示剂,用硫氰酸铵标准滴定溶液回滴过量的银离子。

##### 5.4.1.2 试剂和材料

###### 5.4.1.2.1 镍铝合金粉。

###### 5.4.1.2.2 硝酸。

###### 5.4.1.2.3 氢氧化钠溶液:300 g/L。

###### 5.4.1.2.4 硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约 0.1 mol/L。

###### 5.4.1.2.5 硫氰酸铵标准滴定溶液: $c(\text{NH}_4\text{SCN})$ 约 0.1 mol/L。

###### 5.4.1.2.6 硫酸铁(Ⅲ)铵指示液:80 g/L。

##### 5.4.1.3 仪器、设备

###### 5.4.1.3.1 磨口烧瓶:250 mL,配有回流冷凝器。

###### 5.4.1.3.2 温控电炉。

###### 5.4.1.3.3 布氏漏斗。

##### 5.4.1.4 分析步骤

称取约 0.4 g 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇试样于 250 mL 烧瓶中,精确至 0.2 mg,加入 15 mL 水,15 mL 氢氧化钠溶液。连上冷凝管,开启冷水。小心缓慢地经回流冷凝器加入 2 g 镍铝合金粉,摇晃烧瓶使反应均匀。反应 10 min 后,开启电炉,加热至沸腾,开始计时,煮沸 1 h。冷却后使用布氏漏斗抽滤,用 150 mL 水冲洗冷凝器、烧瓶和残渣。合并过滤液和洗液,加入 25 mL 硝酸和 40.00 mL 硝酸银标准溶液,剧烈振摇,加入 1 mL 硫酸铁(Ⅲ)铵指示液,然后用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定至橙红色出现即为终点。同时作空白试验。

#### 5.4.1.5 结果计算

2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇的含量以质量分数  $w_b$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_b = \frac{(V_0 - V_1)cM}{1000m \times (1 - w)} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

$V_0$ ——滴定空白时消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——滴定试样时消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——硫氰酸铵标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$M$ ——2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔,g/mol( $M=199.96$ );

$m$ ——2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇试料的质量的数值,单位为克(g);

$w$ ——试样中水分的质量分数。

#### 5.4.2 允许差

取平行测定结果的算术平均值为报告结果,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.4 %。

#### 5.4.3 高效液相色谱法

##### 5.4.3.1 方法提要

试样用流动相溶解,以水、乙腈和磷酸水溶液为流动相,使用十八烷基硅烷键合硅胶或八烷基硅烷键合硅胶为填料的不锈钢柱和紫外检测器(214 nm),对试样中的 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇进行高效液相色谱分离和测定。

##### 5.4.3.2 试剂和材料

5.4.3.2.1 水:符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

5.4.3.2.2 流动相:量取 945 mL 水,50 mL 乙腈和 5 mL 体积分数为 10 % 的磷酸溶液混匀,用 2 mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 3.0,用孔径为 0.45  $\mu\text{m}$  的微孔滤膜过滤后超声脱气备用。

5.4.3.2.3 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇标准溶液:称取 0.05 g 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇标样置于 50 mL 烧杯中,精确至 0.2 mg。加入适量流动相,使试样溶解,转移至 50 mL 容量瓶中,用该流动相稀释至刻度,摇匀。

5.4.3.2.4 杂质测定用混合标准溶液 I:称取 0.03 g 2-甲基-2-硝基-1,3-丙二醇标样和 0.03 g 三(羟甲基)硝基甲烷标样置于 50 mL 烧杯中,精确至 0.2 mg。加入适量流动相,使试样溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

5.4.3.2.5 杂质测定用混合标准溶液 II:移取 1.00 mL 杂质测定用混合标准溶液 I 置于 100 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,混匀。

##### 5.4.3.3 仪器、设备

5.4.3.3.1 高效液相色谱仪:配有可变波长紫外检测器和数据处理系统。

5.4.3.3.2 色谱柱:以粒径为 5  $\mu\text{m}$  的十八烷基硅烷键合硅胶为填料的不锈钢柱(150 mm $\times$ 4.6 mm)或以粒径为 3.5  $\mu\text{m}$  的八烷基硅烷键合硅胶为填料的不锈钢柱(100 mm $\times$ 4.6 mm)。

5.4.3.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45  $\mu\text{m}$ 。

5.4.3.3.4 微量进样器:100  $\mu\text{L}$ 。

5.4.3.3.5 定量环:20  $\mu\text{L}$ 。

**5.4.3.3.6 超声波清洗器。****5.4.3.4 试样溶液的配制**

**5.4.3.4.1 试样溶液 I:**称取约 0.05 g 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇试样置于 50 mL 烧杯中,精确至 0.02 mg,加入适量流动相,使试样溶解,转移至 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**5.4.3.4.2 试样溶液 II:**移取 1 mL 试样溶液 I 置于 1 L 容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀。

**5.4.3.5 分析步骤**

在 214 nm 检测波长下,设定进样体积为 10  $\mu$ L~20  $\mu$ L,流速为 1.0 mL/min,柱温为 35 min。待仪器稳定后,依次向液相色谱仪注入流动相、2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇标准溶液、杂质测定用混合标准溶液 II、试样溶液 I 和试样溶液 II。每个溶液连续进样 5 次,分别记录色谱图,试样溶液 I 色谱图记录时间约为主成分峰保留时间的 2.5 倍以上。

注 1:在上述色谱条件下,2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇的保留时间约 5 min。

注 2:根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。

注 3:2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇标样的高效液相色谱图参见附录 A.2。

**5.4.3.6 校准因子的计算**

**5.4.3.6.1** 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇的校正因子以  $f_b$  计,按式(2)计算:

$$f_b = \frac{cw}{A} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$c$ ——2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇标准溶液的质量浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$w$ ——2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇标样的质量分数,以%表示;

$A$ ——2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇标准溶液色谱图中 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇的峰面积。

**5.4.3.6.2** 2-甲基-2-硝基-1,3-丙二醇、三(羟甲基)硝基甲烷的校正因子以  $f_i$  计,按式(3)计算:

$$f_i = \frac{cw}{A} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$c$ ——杂质测定用混合标准溶液 II 中对应的杂质的质量浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$w$ ——2-甲基-2-硝基-1,3-丙二醇、三(羟甲基)硝基甲烷标样的质量分数,以%表示;

$A$ ——杂质测定用混合标准溶液 II 色谱图中相应杂质的峰面积。

**5.4.3.6.3** 平行进样之间的各杂质标样校正因子相对标准偏差不大于 5.0%,平行进样之间的主成分标样校正因子相对标准偏差不大于 2.0%,取其算术平均值用于计算相应成分的含量。

**5.4.3.7 结果计算**

**5.4.3.7.1** 试样中 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇含量的计算

试样中 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇的含量以  $w_b$  计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_b = \frac{Af_b}{c(1-w)} \times 100 \% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$A$ ——试样溶液 I 的色谱图中 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇的峰面积;

$f_b$ ——2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇的校正因子;

$c$ ——试样溶液 I 的质量浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$w$ ——试样中水分的质量分数,以%表示。

**5.4.3.7.2** 试样中 2-甲基-2-硝基-1,3-丙二醇、三(羟甲基)硝基甲烷含量的计算

试样中 2-甲基-2-硝基-1,3-丙二醇、三(羟甲基)硝基甲烷的含量以  $w_i$  计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_i = \frac{A f_i}{c} \times 100 \% \quad \text{..... (5)}$$

式中:

$A$ ——试样溶液 I 的色谱图中 2-甲基-2-硝基-1,3-丙二醇或三(羟甲基)硝基甲烷的峰面积;

$f_i$ ——对应的 2-甲基-2-硝基-1,3-丙二醇或三(羟甲基)硝基甲烷的校正因子;

$c$ ——试样溶液 I 的质量浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL)。

#### 5.4.3.7.3 其他单一杂质含量的计算

试样中其他单一杂质的含量以  $w_s$  计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_s = \frac{A_s \times 1/1\,000}{\sum A} \times 100 \% \quad \text{..... (6)}$$

式中:

$A_s$ ——试样溶液 I 色谱图中,除了 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇、2-甲基-2-硝基-1,3-丙二醇和三(羟甲基)硝基甲烷外最大的杂质的峰面积;

$\sum A$ ——试样溶液 II 色谱图中,扣除空白峰后,所有峰面积之和。

#### 5.4.3.8 允许差

取平行测定结果的算术平均值为报告结果,2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇含量平行测定结果的绝对差值应不大于 0.4 %,杂质含量平行测定结果的绝对差值应不大于 0.05 %。

### 5.5 水分的测定

#### 5.5.1 电量反滴定法(仲裁法)

称取约 5 g 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇试样,精确至 0.2 mg,按 GB/T 6283—2008 中第 9 章的规定进行测定。

#### 5.5.2 直接电量滴定法

称取约 5 g 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇试样,精确至 0.2 mg,按 GB/T 6283—2008 中第 8 章的规定进行测定。

### 5.6 灼烧残渣的测定

称取 1 g 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇试样,精确至 0.2 mg。灼烧温度为 650 °C,按 GB/T 7531—2008 的规定进行测定。

### 5.7 pH 值的测定

按 GB/T 22592—2008 的规定进行测定。

## 6 检验规则

6.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目。

6.2 每批产品不超过 10 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。

6.4 采样时,应将采样器垂直插入到袋深的四分之三处采样,每袋所采样品不少于 100 g。将所采样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,分装于两个清洁干燥的塑料瓶中,密封。贴上标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期、采样人姓名及必要的说明。一份供检验用,另一份保存三个月,备查。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6.6 如果检验结果中有一项不符合本标准要求时,应加倍抽取样品重新核验,核验结果有一项不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

## 7 标志、包装、运输、贮存

7.1 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇的包装容器上应涂刷清晰牢固的标志,内容包括生产厂名、产品名称、商

标、批号、生产日期、净质量以及符合 GB 190—2009 规定易燃固体的标志。

**7.2** 每批出厂的 2-溴-2-硝基-1-3-丙二醇应附有质量检验报告和质量合格证。

**7.3** 2-溴-2-硝基-1-3-丙二醇采用内衬塑料袋的纤维桶、纸塑复合袋或集装袋包装。

**7.4** 运输过程应避免日晒雨淋。按包装标志堆放,搬运装卸小心轻放。

**7.5** 贮存时应避光,贮存在通风仓库内,避免与金属和碱性物质接触。

**7.6** 2-溴-2-硝基-1-3-丙二醇,从产品生产之日起,保质期为两年。



附 录 A  
(资料性附录)

2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇红外光谱图、高效液相色谱图

A.1 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇标准红外光谱图

2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇标准红外光谱图见图 A.1。

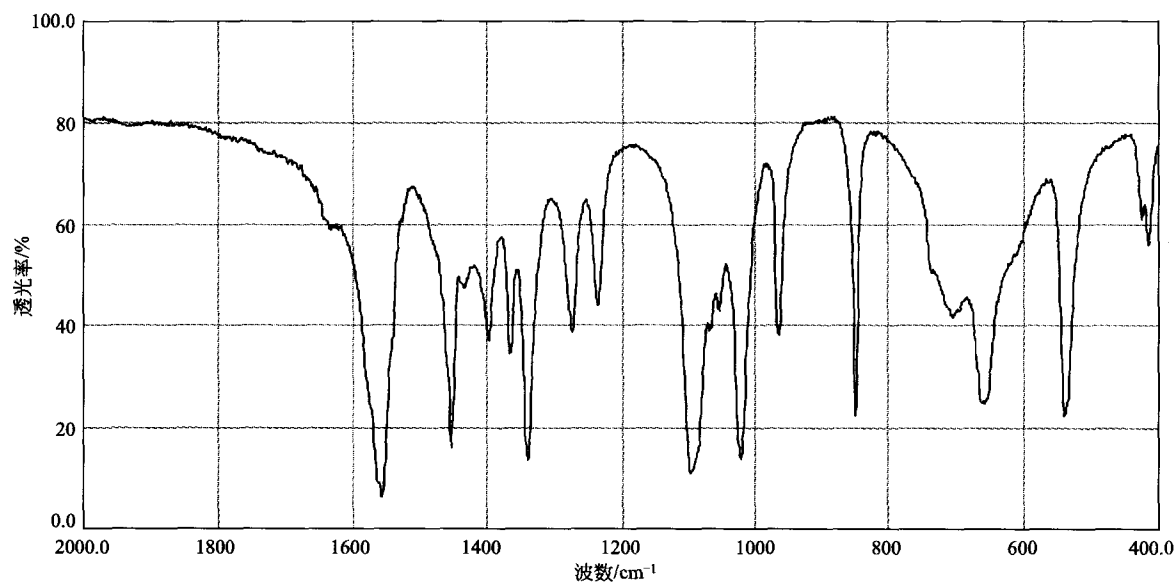
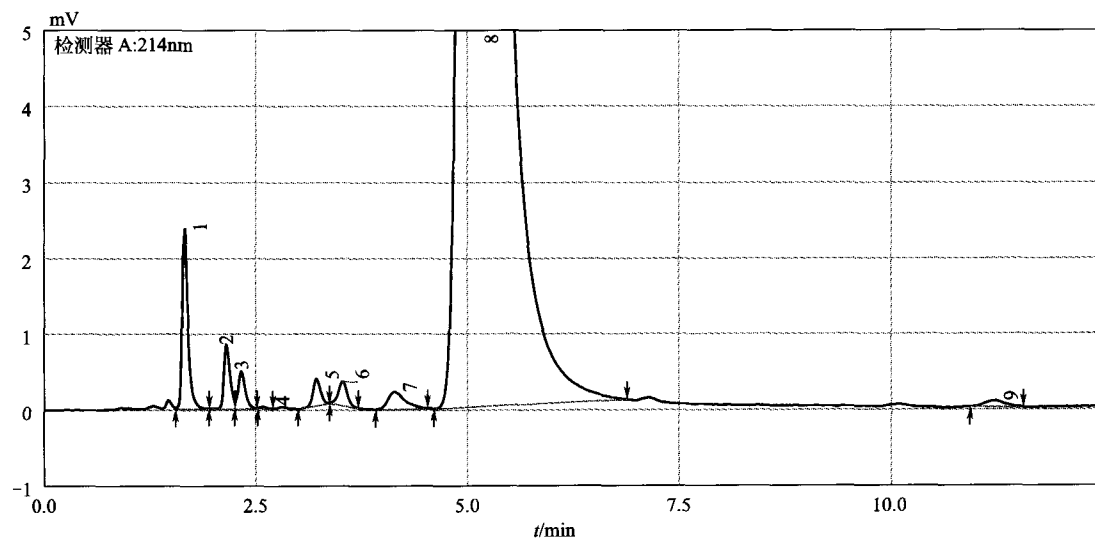


图 A.1 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇标准红外光谱图

A.2 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇及其杂质高效液相色谱图(C8柱)

2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇及其杂质高效液相色谱图(C8柱)见图 A.2。



说明:

- 1——三(羟甲基)硝基甲烷;
- 2——溴化钠;
- 3——未知杂质;
- 4——2-甲基-2-硝基-1,3-丙二醇;
- 5——未知杂质;
- 6——空白峰;
- 7——未知杂质;
- 8——2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇;
- 9——未知杂质。

图 A.2 2-溴-2-硝基-1,3-丙二醇及其杂质高效液相色谱图(C8 柱)