

ICS 71. 100. 35
G 77
备案号:41859—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4540—2013

2,2-二溴-2-氰基乙酰胺

2,2-Dibromo-2-cyanoacetamide

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、天津出入境检验检疫局工业产品安全技术中心、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。

本标准主要起草人：米超杰、白莹、李秀平、郭勇、王亭、崔旭东。

2,2-二溴-2-氰基乙酰胺

警告:本产品属于 GB 6944—2012 中规定的第 8 类腐蚀性物质和第 6 类中的 6.1 项毒性物质,应注意防护。本标准中使用的有机试剂如甲醇有毒,检验操作人员应佩戴橡胶手套、口罩、防护眼镜等。

1 范围

本标准规定了 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本标准适用于 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺产品。本产品主要用于工业循环水系统等方面的杀菌灭藻。

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 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 6944—2012 危险货物分类和品名编号

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

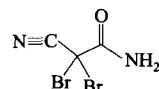
GB/T 21781—2008 化学品的熔点及熔融范围试验方法 毛细管法

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: $\text{C}_3\text{H}_2\text{Br}_2\text{N}_2\text{O}$

结构式:



相对分子质量: 241.85(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 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺按相应的试验方法测定应符合表 1 要求。

表 1

项 目	指 标	试验方法
纯度/%	≥ 99.0	5.2
单一杂质含量/%	≤ 0.5	5.2
熔点/℃	123.0~126.0	5.3
pH 值(10 g/L 水溶液)	5.0~7.0	5.4
干燥减量/%	≤ 1.0	5.5

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。

5.2 纯度和单一杂质含量

5.2.1 方法提要

试样用流动相溶解,以磷酸水溶液和甲醇为流动相,使用以十八烷基硅烷键合硅胶为填料的不锈钢柱和紫外检测器(215 nm),对试样中的 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺进行高效液相色谱分离和测定。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 水:符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

5.2.2.2 流动相:向 900 mL 水中加入 1 mL 磷酸,混匀,加入 100 mL 甲醇,用 0.45 μm 微孔滤膜过滤两遍,超声波脱气振荡 10 min,备用。

5.2.2.3 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺标样:质量分数不小于 99.0 %。

5.2.3 仪器

5.2.3.1 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。

5.2.3.2 色谱柱:以粒径为 5 μm 的十八烷基硅烷键合硅胶为填料的不锈钢柱,250 mm \times 4.6 mm。

5.2.3.3 过滤器:滤膜孔径约 0.45 μm 。

5.2.3.4 微量进样器:100 μL 。

5.2.3.5 定量环:20 μL 。

5.2.3.6 超声波清洗器。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 标样溶液的制备

称取约 0.1 g 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺标样置于 50 mL 烧杯中,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。

5.2.4.2 试样溶液的制备

称取约 0.1 g 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺试样置于 50 mL 烧杯中,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。

5.2.4.3 测定

在 215 nm 检测波长下,设定进样体积为 20 μL ,流速为 0.8 mL/min,柱温为室温,运行时间为 40 min。待仪器稳定后,依次进样流动相、标样溶液、试样溶液,分别记录色谱图。

注 1:在上述色谱条件下,2,2-二溴-2-氰基乙酰胺的保留时间约 26 min。

注 2:可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。

注 3:2,2-二溴-2-氰基乙酰胺标样的高效液相色谱图参见附录 A。

5.2.5 结果计算

试样中 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺的纯度或单一杂质含量以 w 计,数值以 % 表示,按式(1)计算。

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

式中:

A ——试样溶液色谱图中,2,2-二溴-2-氰基乙酰胺或最大杂质的峰面积;

$\sum A$ ——试样溶液色谱图中,扣除空白峰后,所有峰面积之和。

5.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为报告结果,2,2-二溴-2-氰基乙酰胺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 %。

5.3 熔点的测定

取适量经干燥减量测定完成的试样,研磨成细粉后,按 GB/T 21781 的规定进行测定。

5.4 pH 值的测定

按 GB/T 22592—2008 的规定进行测定。

5.5 干燥减量的测定

5.5.1 方法提要

在电热恒温干燥箱中干燥 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺试样,测定试样在 $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的条件下干燥至恒量所失去的质量。

5.5.2 仪器、设备

5.5.2.1 电热恒温干燥箱。

5.5.2.2 称量瓶: $\phi 50\text{ mm} \times 20\text{ mm}$ 。

5.5.3 分析步骤

称取约 1 g 样品于已于 $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘干至恒量的称量瓶中,称准至 0.2 mg。于 $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$ 温度下干燥 3 h 以上,直至恒量。在干燥试样时,干燥箱应专用,烘干过程中不能放入其他物品,否则影响测定结果。

5.5.4 结果计算

干燥减量以质量分数 w 计,数值以 % 表示,按照式(2)计算:

$$w = \frac{w_1 - w_2}{w_1 - w_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_1 ——干燥前样品与称量盘的质量的数值,单位为克(g);

w_2 ——干燥后样品与称量盘的质量的数值,单位为克(g);

w_0 ——称量盘的质量的数值,单位为克(g)。

5.5.5 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果之间的绝对差值不大于 0.1 %。

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要求。

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 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺的包装容器上应涂刷牢固的标志,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 规定的腐蚀性物质和毒性物质的标志。

7.2 每批出厂的 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺应附有质量检验报告和质量合格证。

7.3 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺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。

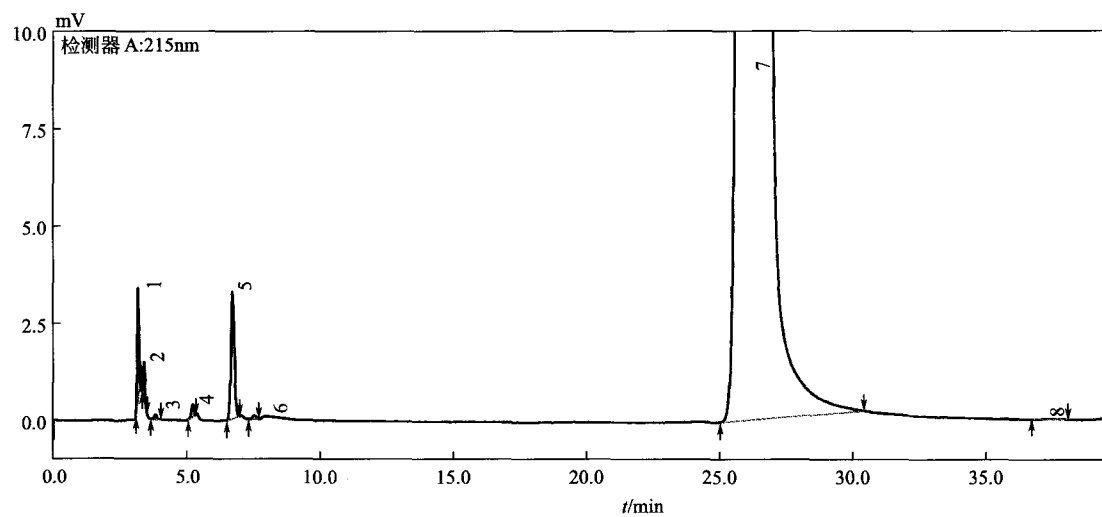
7.5 贮存时应避光,贮存在通风干燥的仓库内,避免与金属和碱性物质接触。

7.6 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺从产品生产之日起,保质期为两年。

附录 A
(资料性附录)

2,2-二溴-2-氰基乙酰胺高效液相色谱图

2,2-二溴-2-氰基乙酰胺高效液相色谱图见图 A. 1。



说明：

- 1——溴化钠；
- 2——未知杂质；
- 3——氰基乙酰胺；
- 4——未知杂质；
- 5——2-溴-2-氰基乙酰胺；
- 6——2,2-二溴-丙二酰胺；
- 7——2,2-二溴-2-氰基乙酰胺；
- 8——二溴乙腈。

图 A. 1 2,2-二溴-2-氰基乙酰胺高效液相色谱图