

中华人民共和国国家标准

GB/T 23669—2016
代替 GB/T 23669—2009

2,6-二溴-4-硝基苯胺

2,6-Dibromo-4-nitroaniline

2016-12-30 发布

2017-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 23669—2009《2,6-二溴-4-硝基苯胺》，与 GB/T 23669—2009 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了灰分的质量分数控制项目、指标和测定方法（见第 3 章、5.6）；
- 修改了外观的评定方法（见 5.2，2009 年版的 5.2）；
- 修改了 2,6-二溴-4-硝基苯胺纯度及 2,6-二氯-4-硝基苯胺含量的测定方法中液相色谱检测器的波长（见 5.3，2009 年版的 5.3）；
- 删除了标志中的“产品生产许可证编号及标志（如适用）”的表述（见 2010 年版的 7.1.1）。

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/TC 134）归口。

本标准起草单位：浙江吉华集团股份有限公司、国家染料质量监督检验中心、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：沈日炯、孙岩峰、季浩、陈美芬。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 23669—2009。

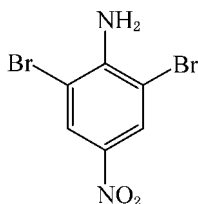
2,6-二溴-4-硝基苯胺

1 范围

本标准规定了 2,6-二溴-4-硝基苯胺产品的要求、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 2,6-二溴-4-硝基苯胺的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_6H_4Br_2N_2O_2$

相对分子质量：295.92(按 2013 年国际相对原子质量)

CAS RN:827-94-1

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 2384 染料及染料中间体 熔点的测定

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 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 21876 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

3 要求

2,6-二溴-4-硝基苯胺的质量应符合表 1 的要求。

表 1 2,6-二溴-4-硝基苯胺的质量要求

序号	项目	指标	试验方法
1	外观	黄色粉末	5.2
2	2,6-二溴-4-硝基苯胺的纯度/%	≥ 98.00	5.3
3	2,6-二氯-4-硝基苯胺的含量/%	≤ 0.05	5.3
4	干品初熔点/℃	≥ 200.0	5.4

表 1 (续)

序号	项目	指标	试验方法
5	水分的质量分数/%	≤1.0	5.5
6	灰分的质量分数/%	≤0.20	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,所采样品的包装应完好,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,所采样品总量不得少于 500g。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、地点。一个供检验,一个保存备查。

5 试验方法

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。

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

5.2 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

5.3 2,6-二溴-4-硝基苯胺纯度及 2,6-二氯-4-硝基苯胺含量的测定

5.3.1 原理

采用反相高效液相色谱法,在 C₁₈ 柱上,以甲醇和水为流动相,分离 2,6-二溴-4-硝基苯胺及有机杂质,经紫外检测器检测,用峰面积归一化法测定 2,6-二溴-4-硝基苯胺纯度及 2,6-二氯-4-硝基苯胺含量。

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±1%;
检测器——多波长紫外分光检测器或具有同等性能的紫外分光检测器。

5.3.2.2 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 ODS C₁₈、粒径 5 μm。

5.3.2.3 色谱工作站或数据处理机。

5.3.2.4 超声波发生器。

5.3.2.5 微量注射器或者自动进样器。

5.3.3 试剂和溶液

5.3.3.1 水:经 0.45 μm 水膜过滤。

5.3.3.2 甲醇:色谱纯。

5.3.4 色谱操作条件

5.3.4.1 流动相:甲醇与水的体积比=65:35。

5.3.4.2 波长:360 nm。

5.3.4.3 流量:1.0 mL/min。

5.3.4.4 柱温:室温。

5.3.4.5 进样量:5 μ L。

5.3.4.6 最佳分析条件的选择:可以根据仪器的不同选择合适的色谱操作条件。

5.3.5 测定步骤

称取试样约 20 mg,于 25 mL 容量瓶中,加甲醇溶解并定容,置于超声波发生器充分溶解,取出摇匀备用。

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,待最后一个组分流出完毕(见图 1),进行结果处理。

5.3.6 结果计算

2,6-二溴-4-硝基苯胺纯度及 2,6-二氯-4-硝基苯胺含量以 w_i 计,按式(1)计算:

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

式中:

A_i ——2,6-二溴-4-硝基苯胺或 2,6-二氯-4-硝基苯胺峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积数值之和。

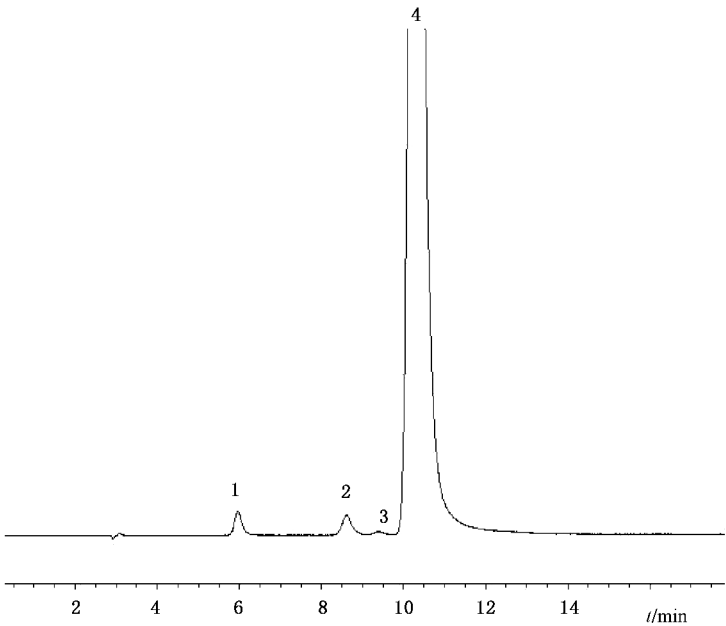
计算结果保留到小数点后两位。如结果小于 0.01%,则保留一位有效数字。

5.3.7 允许差

2,6-二溴-4-硝基苯胺纯度的两次平行测定结果之差应不大于 0.20%,2,6-二氯-4-硝基苯胺含量的两次平行测定结果之差应不大于 0.02%,取其算术平均值作为测定结果。

5.3.8 色谱图

色谱图见图 1。



说明：
1——未知物；
2——2,6-二氯-4-硝基苯胺；
3——未知物；
4——2,6-二溴-4-硝基苯胺。

图 1 2,6-二溴-4-硝基苯胺液相色谱图

5.4 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384 中的规定进行。

5.5 水分的质量分数测定

按 GB/T 2386—2014 中 3.2“烘干法”的规定进行测定,烘干温度 100 ℃~105 ℃,烘干时间 4 h 或烘干至恒量。

计算结果保留到小数点后一位。如结果小于 0.1%(质量分数),则保留一位有效数字。

5.6 灰分的质量分数测定

按 GB/T 21876 中的规定进行测定,灼烧温度(700±25)℃。

计算结果保留到小数点后两位。如结果小于 0.01%(质量分数),则保留一位有效数字。

6 检验规则

6.1 出厂检验

第 3 章表 1 中规定的全部项目均为出厂检验项目。

2,6-二溴-4-硝基苯胺应由生产厂的质量检验部门根据本标准的要求进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

6.2 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、标签

7.1.1 标志

2,6-二溴-4-硝基苯胺的每个包装容器上都应按有关规定涂印耐久、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) 净含量。

7.1.2 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。

7.2 包装

2,6-二溴-4-硝基苯胺用内衬塑料袋的编织袋包装,每袋净含量 $50\text{ kg} \pm 0.5\text{ kg}$,其他包装可以与用户协商确定。

7.3 运输

运输中应防止曝晒、潮湿和雨淋,不得强力挤压和碰撞。

7.4 贮存

2,6-二溴-4-硝基苯胺应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内,防止受潮受热,远离火源,按化学品规定贮运。
