

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基茚烷(ODB-2)

2-Anilino-6-dibutylamino-3-methylfluoran(ODB-2)

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国染料标准化技术委员会（SAC/TC 134）归口。

本文件起草单位：河北建新化工股份有限公司、沈阳化工研究院有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、国家染料质量监督检验中心、厦门银都利工业有限公司。

本文件主要起草人：朱守稳、吕双、朱秀全、张静、杨杰民、向梅、王春英、赵志敏、薛岩。

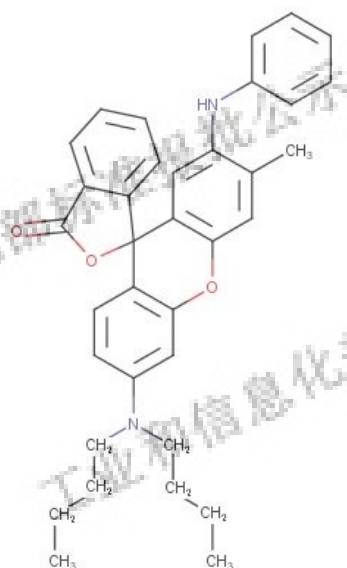
2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基荧烷(ODB-2)

1 范围

本文件规定了2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基荧烷(ODB-2)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。

本文件适用于2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基荧烷的产品质量控制。

结构式：



分子式：C₃₅H₃₆N₂O₃

相对分子质量：532.67（按2019年国际相对原子质量）

CAS No.：89331-94-2

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2381-2013 | 染料及染料中间体 | 不溶物质含量的测定 |
| GB/T 2384-2015 | 染料中间体 | 熔点范围测定通用方法 |
| 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（ISO 3696：1987，MOD） |
| GB/T 8170-2008 | 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 21876-2015 | 溶剂染料及染料中间体 | 灰分的测定 |

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基苊烷的质量要求应符合表1的规定。

表1 2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基苊烷的质量要求

序号	项 目	指 标	试验方法章条号
1	外观	白色至类白色粉末	6.2
2	2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基苊烷的纯度/%	≥ 99.50	6.3
3	干品初熔点/ $^{\circ}\text{C}$	≥ 181.00	6.4
4	干燥减量/%	≤ 0.30	6.5
5	甲苯不溶物的质量分数/%	≤ 0.30	6.6
6	灰分的质量分数/%	≤ 0.20	6.7

5 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，采样时不应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，所采样品总量不应少于 200g。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、采样日期、地点。一个供检验，一个保存备查。

6 试验方法

警告——使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件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。

6.1 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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备与标定。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。

6.2 外观的测定

在自然北昼光下采用目视评定。

6.3 2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基苊烷纯度的测定（HPLC）

6.3.1 测定原理

采用高效反相液相色谱法，在十八烷基键合柱上，以乙腈和水为流动相，分离2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基苊烷及各有机杂质组分，经紫外检测器（254nm）检测，用峰面积归一化法计算2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基苊烷的纯度。

6.3.2 仪器设备

6.3.2.1 液相色谱仪：输液泵-流量范围 0.1 mL/min~5.0mL/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分光检测器。

6.3.2.2 色谱柱：250mm×4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 C₁₈ ODS 5μm。

6.3.2.3 色谱工作站或积分仪。

6.3.2.4 微量注射器或自动进样器。

6.3.2.5 超声波发生器。

6.3.2.6 分析天平：精度 0.001g。

6.3.2.7 微孔过滤膜（水相），孔径为 0.45μm。

6.3.2.8 针式过滤器，孔径为 0.45μm。

6.3.3 试剂和溶液

6.3.3.1 乙腈：色谱纯。

6.3.3.2 乙腈水溶液：乙腈与水的体积比为 50: 50。

6.3.3.3 水：经 0.45μm 微孔过滤膜（水相）过滤。

6.3.4 色谱分析条件

6.3.4.1 流动相：乙腈与乙腈水溶液的体积比=80:20。

6.3.4.2 波长：254nm。

6.3.4.3 流量：1.0mL/min。

6.3.4.4 进样量：10μL。

6.3.4.5 柱温：40℃。

6.3.5 试样溶液的制备

称取试样约 0.05 g(精确至 0.001 g)于 50mL 容量瓶中，加乙腈溶解，并稀释至刻度，于超声波发生器中振荡、充分溶解后备用。进样前用针式过滤器过滤。

6.3.6 测定步骤

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。开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后，用微量注射器或自动进样器吸取试样溶液注入进样阀中，待最后一个组分流出完毕（见图1），用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

6.3.7 结果计算

2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基茚烷的纯度以 w_1 计，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

A_1 —试样中2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基茚烷的峰面积数值；

$\sum A_i$ —试样中2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基茚烷及各有机杂质的峰面积数值之和。

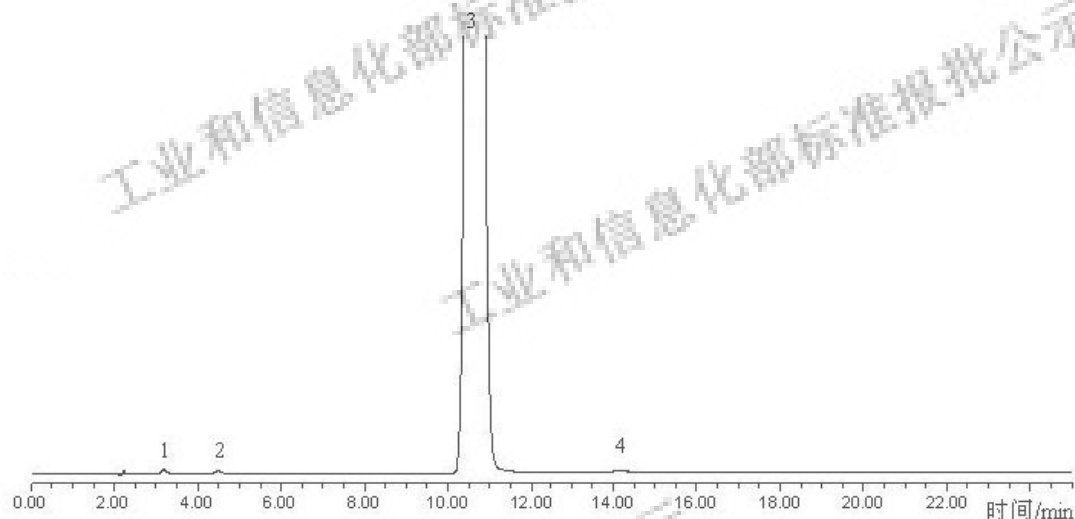
计算结果保留到小数点后两位。

6.3.8 允许差

2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基茚烷纯度两次平行测定结果绝对差值不应大于0.20%，取其算术平均值作为测定结果。

6.3.9 色谱图

典型的色谱图如图1所示。



标引序号说明：

1——未知物；

2——未知物；

3——ODB-2；

4——未知物。

图1 2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基茚烷液相色谱示意图

6.4 干品初熔点的测定

6.4.1 目测法（仲裁法）

按GB/T2384-2015中的规定进行测定。

6.4.2 仪器法

取少量均匀样品于105℃条件下干燥30min，其他按GB/T 21781-2008中5.2的规定进行测定。

6.5 干燥减量的测定

按 GB/T 2386-2014 中 3.2 的规定进行测定。

6.6 甲苯不溶物质量分数的测定

6.6.1 仪器与试剂

6.6.1.1 恒温干燥箱。

6.6.1.2 G3 坩埚式过滤器。

6.6.1.3 封闭电炉。

6.6.2 测定步骤

按GB/T 2381-2013的规定进行。

称取试样 1.0g（精确至 0.0001g），置于清洁干燥的 250ml 烧杯中，加入 100ml 的甲苯，放置封闭电炉上加热，并充分搅拌，使试样完全溶解。用已在（120±2）℃恒重的 G3 坩埚式过滤器过滤，用 20ml 的甲苯分三次淋洗烧杯，并转移至坩埚过滤，用适量的甲苯洗涤过滤器至滤液无色。将抽干后的 G3 坩埚式过滤器取出置于（120±2）℃恒温干燥箱中，烘至恒量。

6.6.3 结果计算

甲苯不溶物含量以 w_2 计，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 —恒量后G3过滤器与不溶物总质量的数值，单位为克（g）；

m_2 —恒量后G3过滤器的质量的数值，单位为克（g）；

m_3 —试样的质量数值，单位为克（g）。

结果计算保留到小数点后两位。

6.6.4 允许差

甲苯不溶物含量两次平行测定结果之差的绝对值不应大于0.05%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

6.7 灰分质量分数的测定

取样量为1.0g（精确至0.0001g），灼烧温度为（750±2）℃，其他按GB/T 21876-2015的规定进行。

7 检验规则

7.1 检验分类

本文件第4章表1中规定的所有项目均为出厂检验项目。

7.2 出厂检验

2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基苊烷产品应由生产厂的质量检验部门检验合格，附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基苊烷产品均符合本文件的要求。

7.3 复检

如果检验结果中有一项指标不符合本文件的规定时，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文件的要求，则整批产品判定为不合格。

8 标志、标签、包装、运输和贮存

8.1 标志

2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基苊烷的每个包装上都应涂上牢固、清晰标志。

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。

8.2 标签

2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基苊烷产品应有标签，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。

8.3 包装

2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基苊烷用纸塑复合袋包装。每袋净含量 $20\text{kg} \pm 0.20\text{kg}$ 或 $50\text{kg} \pm 0.50\text{kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。

8.4 运输

2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基苊烷产品应注意防潮、防热、防泄漏，避免日晒雨淋，远离酸碱及易燃物品。

8.5 贮存

2-苯氨基-6-二丁氨基-3-甲基苊烷应贮存于通风、干燥的库房内，产品应放置在不低于10cm的木质或胶合板托盘上，切勿暴晒和雨淋，并远离火源和热源。产品保质期一年。