

中国石油和化学工业联合会团体标准

CPCIF / T XXXX—20XX

2, 6-二氯-4-三氟甲基苯胺

2, 6-Dichloro-4-(trifluoromethyl) aniline

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国石油和化学工业联合会 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺

警示——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。

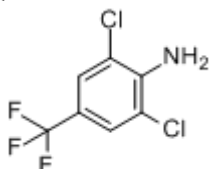
1 范围

本文件规定了2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输与贮存等。

本文件适用于以4-三氟甲基苯胺、3,4-二氯三氟甲苯、3,4,5-三氯三氟甲苯或其他三氟甲基苯为原料，经化学合成、精制提纯得到的2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺。

化学式： $C_7H_4NF_3Cl_2$

结构简式：



相对分子量：230.015（按2022年国际相对原子质量）

CSA号：24279-39-8

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 190 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 6944 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 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 12463 危险货物运输包装通用技术条件
- GB/T 13508 聚乙烯吹塑桶
- QB/T 1233 钢塑复合桶

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的技术指标应符合表1的要求。

表1 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
等级		
外观	浅黄色至白色结晶，或浅黄色至无色透明液体，无可见悬物。	
2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺，w/%	≥ 99.50	99.00
单一杂质，w/%	≤ 0.20	0.50
水分，w/%	≤ 0.20	0.20

注：2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺常压状态38℃以下为结晶体

5 试验方法

警示：试验方法规定的一些过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.1 一般规定

本文件除另有规定，所用试剂均为分析纯试剂；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，GB/T 602，GB/T 603的规定制备。试验用水应符合GB/T 6682中三级水的规定。

5.2 外观

取适量液体样品或固体样品，置于60 mL具塞比色管中，在自然光或日光灯下目测检查。

注：固体样品应将比色管放入红外灯下融化后观察。

5.3 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺及单一杂质含量的测定

5.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，使试样汽化后通过色谱柱，使各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器检测，面积归一化法定量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 氮气：体积分数不低于 99.99%，经活性炭和分子筛净化。

5.3.2.2 氢气：体积分数不低于 99.99%，经活性炭和分子筛净化。

5.3.2.3 空气：经活性炭和分子筛净化。

5.3.3 仪器

5.3.3.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器（FID），仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 中的有关规定。

5.3.3.2 色谱工作站。

5.3.3.3 微量进样器：10 μL。

5.3.4 测试步骤

推荐的气相毛细管色谱柱和典型色谱操作条件见表2。典型色谱图及各组分相对保留时间参见附录 A，其他能够达到同等分离程度的气相毛细管色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表2 推荐的气相色谱仪典型操作条件

项 目	参 数
色谱柱	5%苯基-95%甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径×液膜厚	30 m×0.25 mm×0.25 μm
气化室温度/℃	250
检测器温度/℃	250
柱箱温度	初温80℃，保持1 min，以10℃/min升温至250℃，保持5 min。
载气（N ₂ ）流量/(mL/min)	1.0
氢气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	300
尾吹气（He或N ₂ ）流量/(mL/min)	25
进样量/μL	0.2
分流比	40:1

5.3.5 分析步骤

开启色谱仪，按表2设定仪器参数，待仪器运行达到上述色谱操作条件并稳定后，用微量进样器取试样0.2 μL注入气相色谱仪，记录色谱图。用色谱工作站记录各组分的峰面积，采用面积归一化法计算结果。

5.3.6 结果计算

2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺及各杂质的含量（ w_i ），数值以%表示，按照式（1）进行计算。

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

式中：

A_i ——组分i的峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，计算结果保留到小数点后两位，主含量两次平行测定结果的绝对差值不大于0.20%；各杂质含量两次平行测定结果的绝对差值不大于0.030%。

5.4 水分的测定

按GB/T 6283的要求进行测定。取两次平行检测结果的算术平均值为测定结果，两次检测结果相对差值不超过10%。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第4章的项目均为出厂检验项目，出厂检验每批进行一次。

6.2 组批

产品以同等质量的均匀产品为一批，或以一罐或一槽车的量为一批。

6.3 采样

产品采样应按GB/T 6678、GB/T 6680的规定进行。所取样品的总量不少于30 mL。将所取的试样混匀，分装入两个清洁、干燥的试样瓶中，密封，粘贴标签，注明名称、等级、批号和取样日期，一瓶由质量检验部门检验，另一瓶保存备查。

6.4 结果判定

检验结果的判定采用GB/T 8170规定的修约值比较法进行。检验结果中，如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中采样进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输与贮存

7.1 标志

产品包装桶外应有牢固的产品标签，内容包括：生产厂家名称、厂址、产品名称、商标、批号、净含量、本文件编号及符合GB 190中规定的“环境有害物质和物品”标志¹⁾、符合GB/T 191规定的包装储运图示标志。

除产品标签外，本产品包装桶外应有牢固的化学品安全标签，标签的内容、格式、粘贴应符合GB 15258的要求。

7.2 包装

本产品包装类别为GB 12463规定的III类包装。应采用符合QB/T 1233要求的钢塑复合桶或符合GB/T 13508要求的聚乙烯桶包装，每桶净含量250 kg，或在符合安全要求的条件下，根据客户的要求进行包装。

7.3 运输

运输过程中应防止容器泄露、倒塌、坠落、损坏。桶装产品搬运时应轻装轻卸，防止包装容器损坏，采用危险品运输车辆进行运输。运输应符合铁路、公路对危险货物运输的规定。

7.4 贮存

产品应贮存于阴凉、干燥、通风良好的仓库内，远离火种、热源、氧化剂。在贮运过程中防止撞击、雨淋和暴晒。在本文件规定的包装贮存条件下，2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺保质期为24个月。

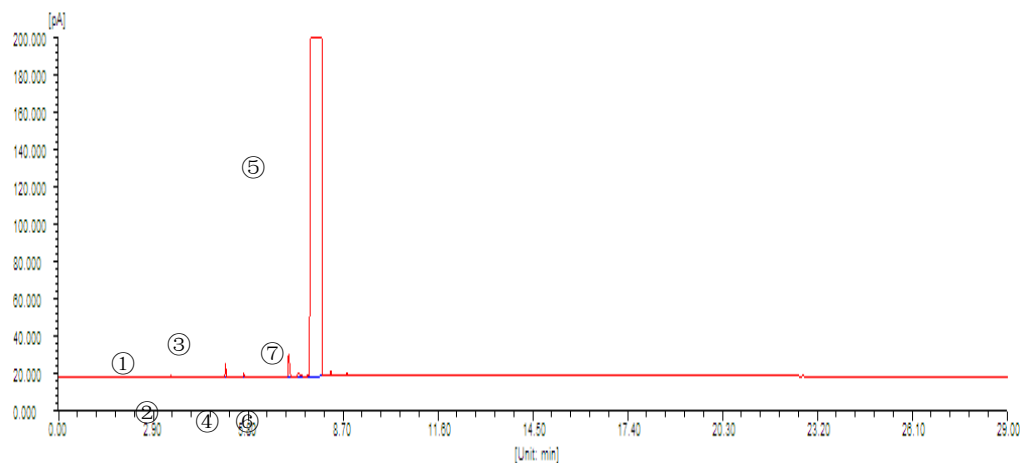
1) 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺安全信息的内容参见附录 B。

附录 A (资料性)

2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的典型色谱图及各组分相对保留时间

A.1 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的典型色谱图

2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺的典型色谱图如图A.1所示。



标引序号说明：

- 1——未知杂质1；
- 2——对三氟甲基苯胺；
- 3——2-氯-4-三氟甲基苯胺；
- 4——未知杂质2；
- 5——2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺；
- 6——未知杂质3；
- 7——未知杂质4。

图 A.1 2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺典型色谱图

A.2 A.2 各组分相对保留时间

各组分保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留时间

序号	组分名称	保留时间/min
1	未知杂质 1	5.25
2	对三氟甲基苯胺	5.78
3	2-氯-4-三氟甲基苯胺	7.16
4	未知杂质 2	7.58
5	2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺	8.10
6	未知杂质 3	8.42
7	未知杂质 4	8.91

附 录 B

(资料性)

安全信息

B.1 物理性质及危险性概述

按GB 6944规定2,6-二氯-4-三氟甲基苯胺属于危险化学品，吞咽有害，直接接触可能会造成皮肤过敏、对水生生物毒性极大并具有长期持续影响。

B.2 防范说明及应急措施

操作人员应穿戴好劳动防护用品，避免接触皮肤和眼睛；避免吸入蒸气和烟雾。操作过程中禁止饮水进食。如发生泄露应隔离泄漏区。使用合适的个人防护用具和无火花工具或防爆设备，排除火种，用吸收材料（粘土或锯屑）覆盖泄漏物后放入密闭容器内待处置，防止泄漏物进入下水道、地表水和地下水。应避免产品与皮肤接触，如果溅到皮肤或眼睛里，应迅速用大量的清水冲洗，急速就医。泄露收集后运至废物处理场所进行无害化处理，不可随意排放。产品溢出时应禁止无关人员入内。
