

中华人民共和国医药行业标准

药用中间体 2,4-二氯氟苯

YY/T 0241—1996

Pharmaceutical intermediate—
2,4-Dichlorofluorobenzene

1 主题内容与适用范围

本标准规定了药用中间体 2,4-二氯氟苯的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存的要求。

本标准适用于氯苯经硝化、氟化、蒸馏制得的 2,4-二氯氟苯,在制药工业中作为中间体。

2 引用标准

GB 614 折光率测定通用方法

GB 9722 化学试剂 气相色谱法通则

YY/T 0188.1 药品操作检验规程 第 1 部分:药品检验操作通则

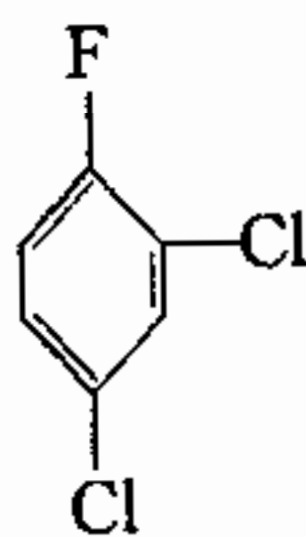
3 化学名称、分子式、结构式、分子量

化学名称:2,4-二氯氟苯

2,4-dichlorofluorobenzene

分子式: $C_6H_3FCl_2$

结构式:



分子量:164.99(按 1987 年国际原子量)

4 技术要求

4.1 性状

本品为无色透明液体,易溶于苯、乙醇等,不溶于水。

4.2 项目和指标

项 目	指 标	
	一 等 品	合 格 品
含量(以 $C_6H_3FCl_2$ 计), % $\geq$	99.5	99.0
2-氟-5-氯硝基苯, % $\leq$	0.4	
折光率(n_D^{20})	1.520~1.525	

5 试验方法

5.1 鉴别

样品的红外光谱与对照品的红外光谱相一致。

5.2 含量测定

按 GB 9722 测定。

5.2.1 仪器

5.2.1.1 气相色谱仪。

5.2.1.2 色谱数据处理机。

5.2.1.3 色谱柱:玻璃毛细管柱。

5.2.1.4 检测器:氢火焰离子化检测器。

5.2.2 系统适用性试验

以 OV-1 为固定相,氮气为载气,柱温约 100℃,汽化及检测温度为 250℃,理论板数按 2,4-二氯氟苯计算不低于 5500,2,4-二氯氟苯与主要杂质 2-氟-5-氯硝基苯的分离度大于 2。

5.2.3 测定方法

吸取样品约 0.2μL 注入气相色谱仪,用面积归一化法计算含量。

5.2.4 分析结果的表达

2,4-二氯氟苯的质量百分含量(P)按式(1)计算:

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

式中: A ——2,4-二氯氟苯峰面积;

$\sum A_i$ ——所有峰面积之和。

5.2.5 允许差

两次平行测定的允许相对偏差在 0.2% 以内。

5.3 2-氟-5-氯硝基苯含量测定

根据色谱图 3-氯-4-氟硝基苯质量百分含量(X_1)按式(2)计算:

$$X_1(\%) = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: A_i ——2-氟-5-氯硝基苯峰面积;

$\sum A_i$ ——所有峰面积之和。

5.4 折光率的测定

按 GB 614 规定进行。

6 检验规则

6.1 2,4-二氯氟苯应由本厂质量监督检验部门进行检验,所有出厂的 2,4-二氯氟苯都应符合本标准要求,每一批产品都附有一定格式的质量证明书,内容包括:制造厂名称、产品名称、级别、生产日期、批号、净重、检验结果。

6.2 使用单位应按本标准各项规定,对所收到的 2,4-二氯氟苯进行检验,检验其结果是否符合本标准要求。

6.3 每精馏受槽的产品为一批。

6.4 按 YY/T 0188.1 的要求进行取样,用取样器从每桶中的上、中、下三部分各抽取约 50g 样品混合均匀后,分别装入两个清洁干燥带磨口塞的棕色细口瓶中,瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、批号和取样日期,一瓶由检验部门检验,一瓶保存备查。

6.5 当供需双方对产品质量异议时,可由双方协商送法定检验单位仲裁。

7 包装、标志、运输和贮存

7.1 本产品装于钢塑复合桶或镀锌桶中,每桶净重 250kg,桶外应印有:产品名称、厂名、级别、生产日期、批号、重量、可燃、不可倒置等标志。

7.2 本产品贮存在避光、清洁、干燥的库房内。

7.3 本产品在运输、搬运时轻取、轻放,防止日晒、雨淋,并按运输部门有关规定进行装运。

附加说明:

本标准由国家医药管理局提出。

本标准由国家医药管理局天津药物研究院归口。

本标准由江苏江阴第二化工总厂负责起草。

本标准主要起草人程国栋、徐志远、胡金华。