

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4489—2020

代替 HG/T 4489—2013

对 二 氯 苯

p-Dichlorobenzene

2020-04-16 发布

2020-10-01 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。

本标准代替 HG/T 4489—2013《对二氯苯》。与 HG/T 4489—2013 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了外观的控制指标（见第 3 章，2013 年版的第 3 章）；
- 修改了水分的质量分数优等品和一等品指标（见第 3 章，2013 年版的第 3 章）；
- 修改了对二氯苯的纯度合格品指标（见第 3 章，2013 年版的第 3 章）；
- 增加了液体采样规定（见第 4 章）；
- 修改了外观评定方法（见 5.3，2013 年版的 5.2）；
- 修改了对二氯苯的纯度及有机杂质含量的测定中试样溶液配制的溶剂（见 5.4.3，2013 年版的 5.3.3）；
- 修改了有机杂质含量的测定的允许差（见 5.4.8，2013 年版的 5.3.7）；
- 增加了液体产品复验规定（见 6.3）；
- 增加了液体产品包装的规定（见 7.3）。

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/TC134）归口。

本标准起草单位：江苏隆昌化工有限公司、江苏扬农化工集团有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人：张剑宇、王明、陶鑫、薛岩、吴春江、戴有俊、季浩、左庆、蒲爱军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 4489—2013。

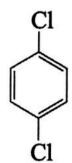
对 二 氯 苯

1 范围

本标准规定了对二氯苯的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于对二氯苯产品的质量控制。

结构式：



分子式： $C_6H_4Cl_2$
相对分子质量：147.00（按 2015 年国际相对原子质量）
CAS RN：106-46-7

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 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 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

对二氯苯的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 对二氯苯的质量要求

| 序号 | 项 目 | 指 标 | | | 试验方法章条号 |
|----|-----------|-------------|--------|--------|---------|
| | | 优等品 | 一等品 | 合格品 | |
| 1 | 外观 | 白色结晶或无色透明液体 | | | 5.3 |
| 2 | 对二氯苯的纯度/% | ≥99.90 | ≥99.80 | ≥99.60 | 5.4 |
| 3 | 低沸物含量/% | ≤0.01 | ≤0.05 | ≤0.10 | 5.4 |
| 4 | 间二氯苯含量/% | ≤0.01 | ≤0.05 | ≤0.05 | 5.4 |
| 5 | 邻二氯苯含量/% | ≤0.05 | ≤0.10 | ≤0.30 | 5.4 |
| 6 | 水分的质量分数/% | ≤0.02 | ≤0.05 | ≤0.10 | 5.5 |

4 采样

以批为单位采样，生产厂以一次均匀产品为一批。每批固体产品采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定。所采产品的包装应完好，采样时不应使外界杂质落入产品中。采样时，采用探管采取包括上、中、下三部分的样品，所采样品总量应不少于 200 g。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。一个供检验用，另一个保存备查。

5 试验方法

5.1 警告

使用本标准的人员应有正规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安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

5.2 一般规定

除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

5.3 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

5.4 对二氯苯的纯度及有机杂质含量的测定

5.4.1 方法提要

采用气相色谱法，在毛细管色谱柱上分离对二氯苯及其有机杂质含量，经氢火焰离子化检测器（FID）检测，采用峰面积归一化法定量。

5.4.2 仪器设备

5.4.2.1 气相色谱仪：仪器灵敏度应符合 GB/T 9722—2006 中 6.4.2 的规定，稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中 6.3 的规定。

5.4.2.2 检测器：氢火焰离子化检测器（FID）。

5.4.2.3 毛细管色谱柱：长 30 m，内径 0.32 mm，膜厚 0.25 μm ，固定相为（50%苯基）-甲基聚硅氧烷，或能达到同等分离效果的其他毛细管柱。

5.4.2.4 微量注射器或自动进样器。

5.4.2.5 分析天平：精度为 0.001 g。

5.4.2.6 色谱工作站或积分仪。

5.4.2.7 超声波发生器。

5.4.3 试剂和溶液

二氯甲烷。

5.4.4 色谱分析条件

色谱操作条件如表 2 所示。可根据仪器设备不同，选择最佳分析条件。

表 2 色谱操作条件

| 控制参数 | 操作条件 |
|--------------------|--|
| 载气 | 氮气 |
| 载气压力/kPa | 70 |
| 检测器温度/℃ | 300 |
| 汽化室温度/℃ | 300 |
| 燃烧气（氢气）流量/(mL/min) | 30 |
| 助燃气（空气）流量/(mL/min) | 300 |
| 补偿气 | 氮气 |
| 补偿气流量/(mL/min) | 20 |
| 分流比 | 30 : 1 |
| 进样量/μL | 1.0 |
| 柱温（程序升温） | 初始温度为 120℃，保持 4 min，以 20℃/min 的速率升温至 260℃，保持 2 min |

5.4.5 试样溶液配制

称取约 0.5 g（精确至 0.001 g）试样，置于 10 mL 容量瓶中，用二氯甲烷溶解并稀释至刻度，超声助溶，冷却至室温，摇匀，备用。

5.4.6 测定步骤

开机预热，待仪器运行稳定后进试样溶液，待出峰完毕后，用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.4.7 结果计算

对二氯苯的纯度及其有机杂质含量以 w_i 计，按公式（1）计算：

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

式中：

A_i ——对二氯苯及其各有机杂质的峰面积；

$\sum A_i$ ——对二氯苯及其各有机杂质的峰面积的总和。

计算结果保留到小数点后 2 位。如结果小于 0.01%，则保留 1 位有效数字。

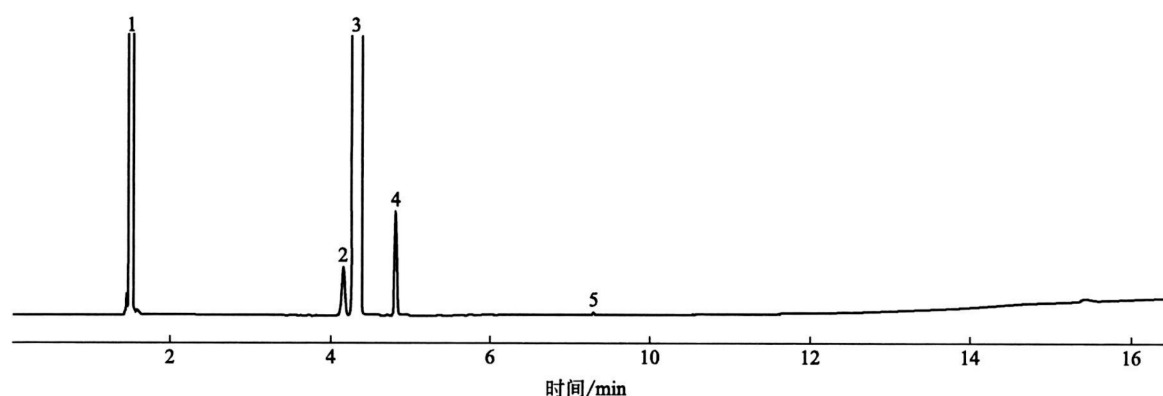
注：低沸物为对二氯苯之前除溶剂峰、间二氯苯外所有流出组分。

5.4.8 允许差

对二氯苯两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.10%，其他有机杂质两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.01%，取其算术平均值作为测定结果。

5.4.9 色谱图

对二氯苯的气相色谱示意图见图 1。



说明：

- 1——溶剂；
- 2——间二氯苯；
- 3——对二氯苯；
- 4——邻二氯苯；
- 5——未知物。

图 1 对二氯苯的气相色谱示意图

5.5 水分的质量分数的测定

按照 GB/T 2386—2014 中 3.4 的规定进行测定。

称取试样量约 2.0 g (精确至 0.000 1 g)，用三氯甲烷和甲醇按体积比为 3 : 1 配制的混合溶剂溶解。

水分两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.02% (质量分数)，取其算术平均值作为测定结果。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的项目均为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

对二氯苯应由生产厂的质量检验部门进行检验合格，附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的对二氯苯均符合本标准的要求。

6.3 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的规定，固体产品应重新自两倍量的包装中取样（液体产品应重新取样）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、贮存

7.1 标志

对二氯苯的每个包装容器上都应涂印耐久、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。

7.2 标签

对二氯苯产品应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、批号和等级。

7.3 包装

固体对二氯苯用内衬塑料袋的编织袋包装。液体对二氯苯用专用槽车包装。固体对二氯苯每袋净含量 $25\text{ kg} \pm 0.25\text{ kg}$ 或 $50\text{ kg} \pm 0.5\text{ kg}$ ，其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

对二氯苯运输过程中应防止暴晒和雨淋。搬运中需小心轻放，不可与皮肤接触，防止吸入人体内。

7.5 贮存

对二氯苯应密闭贮存于阴凉、干燥并具有良好的通风的库房内，不可与易燃物放在一起，并远离火源和热源。
