

ICS 71. 100. 01; 87. 060. 10

G 56

备案号: 38638—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2078—2012

代替 HG/T 2078—2005

### 2-氰基-4-硝基苯胺

2-Cyano-4-nitroaniline

2012-12-28 发布

2013-06-01 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《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 2078—2005《2-氰基-4-硝基苯胺》，与 HG/T 2078—2005 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 CAS RN(见 1)；
- 修改了 2-氰基-4-硝基苯胺含量的定量方法(见 5.4, 2005 年版的 5.3)；
- 修改了异构体的名称和含量指标(见 3, 2005 年版的 3)；
- 原标准中加热减量指标修改为水分指标,并修改了测定方法(见 3.5.5, 2005 年版的 3.5.5)。

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：江苏联化科技有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：程晓宏、蒲爱军、蔡先念。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG 2078—1991、HG/T 2078—2005。

2-氰基-4-硝基苯胺

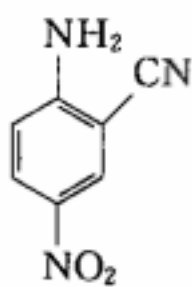
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 2-氰基-4-硝基苯胺的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于 2-氰基-4-硝基苯胺的产品质量控制。

结构式:



分子式:C<sub>7</sub>H<sub>5</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>  
相对分子质量:163.13(按 2009 年国际相对原子质量)  
CAS RN:17420-30-3

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,仅所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—2007 染料中间体 熔点范围测定通用方法
- GB/T 2386—2006 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(mod ISO 3696:1987)
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

2-氰基-4-硝基苯胺质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 2-氰基-4-硝基苯胺的质量要求

| 项 目                      | 指 标     |       |       | 试验方法 |
|--------------------------|---------|-------|-------|------|
|                          | 优等品     | 一等品   | 合格品   |      |
| (1)外观                    | 浅黄色粉末   |       |       | 5.2  |
| (2)干品初熔点/℃               | ≥ 205.0 | 204.0 | 203.0 | 5.3  |
| (3)2-氰基-4-硝基苯胺纯度(HPLC)/% | ≥ 97.00 | 96.00 | 95.00 | 5.4  |
| (4)2-氰基-6-硝基苯胺含量(HPLC)/% | ≤ 1.50  | 2.00  | 3.00  | 5.4  |
| (5)聚合物含量(HPLC)/%         | ≤ 1.50  | 2.00  | 2.00  | 5.4  |
| (6)水分的质量分数/%             | ≤ 0.10  | 0.50  | 1.00  | 5.5  |

## 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,所采样品的包装必须完好,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,所采样品总量不少于 500 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,取样日期、地点。一个供检验,另一个保存备查。

## 5 试验方法

### 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—2008 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

在自然光线下采用目视评定。

### 5.3 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384—2007 的规定进行,样品在 100 °C~105 °C 烘干 1 h。

### 5.4 2-氰基-4-硝基苯胺及有机杂质含量的测定(HPLC)

#### 5.4.1 方法提要

采用高效反相离子对色谱法,在 C<sub>18</sub> 柱上,以乙腈、水为流动相,分离 2-氰基-4-硝基苯胺及各有机杂质组分,经紫外检测器检测,用峰面积归一化法测定 2-氰基-4-硝基苯胺纯度及有机杂质的含量。

#### 5.4.2 试剂和材料

- a) 乙腈:色谱纯;
- b) 水:经 0.45 μm 膜过滤。

#### 5.4.3 仪器设备

- a) 输液泵:流量范围 0.1 mL/min~5 mL/min,在此范围内其流量稳定性为 ±1 %;
- b) 检测器:多波长紫外分光光度检测器或具有同等性能的分光光度检测器;
- c) 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱;固定相为 5 μm ODS C<sub>18</sub>;
- d) 色谱工作站或积分仪;
- e) 微量进样器或自动进样器;
- f) 超声波发生器。

#### 5.4.4 色谱分析条件

- a) 流动相:乙腈与水的体积比=50:50;
- b) 波长:254 nm;
- c) 流量:0.8 mL/min;
- d) 进样量:10 μL;
- e) 柱温:室温。

可根据仪器和色谱柱的不同,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。

#### 5.4.5 试样溶液的制备

称取约 20 mg(精确至 0.1 mg)试样 2-氰基-4-硝基苯胺(称样前将样品研细)于 25 mL 容量瓶中,用乙腈溶解稀释至刻度,盖紧瓶塞,于超声波发生器中振荡、充分溶解,为试样溶液。

#### 5.4.6 测定步骤

待仪器运行稳定后,吸取试样溶液注入进样器,待组分流出色谱柱,用色谱工作站或积分仪进行结果处理(见色谱示意图 1)。

5.4.7 结果计算

2-氰基-4-硝基苯胺纯度及有机杂质含量以  $w_i$  计,数值用%表示,按式(1)计算:

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

式中:

$A_i$ ——试样溶液中 2-氰基-4-硝基苯胺及各有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——试样溶液中 2-氰基-4-硝基苯胺及各有机杂质的峰面积数值之和。

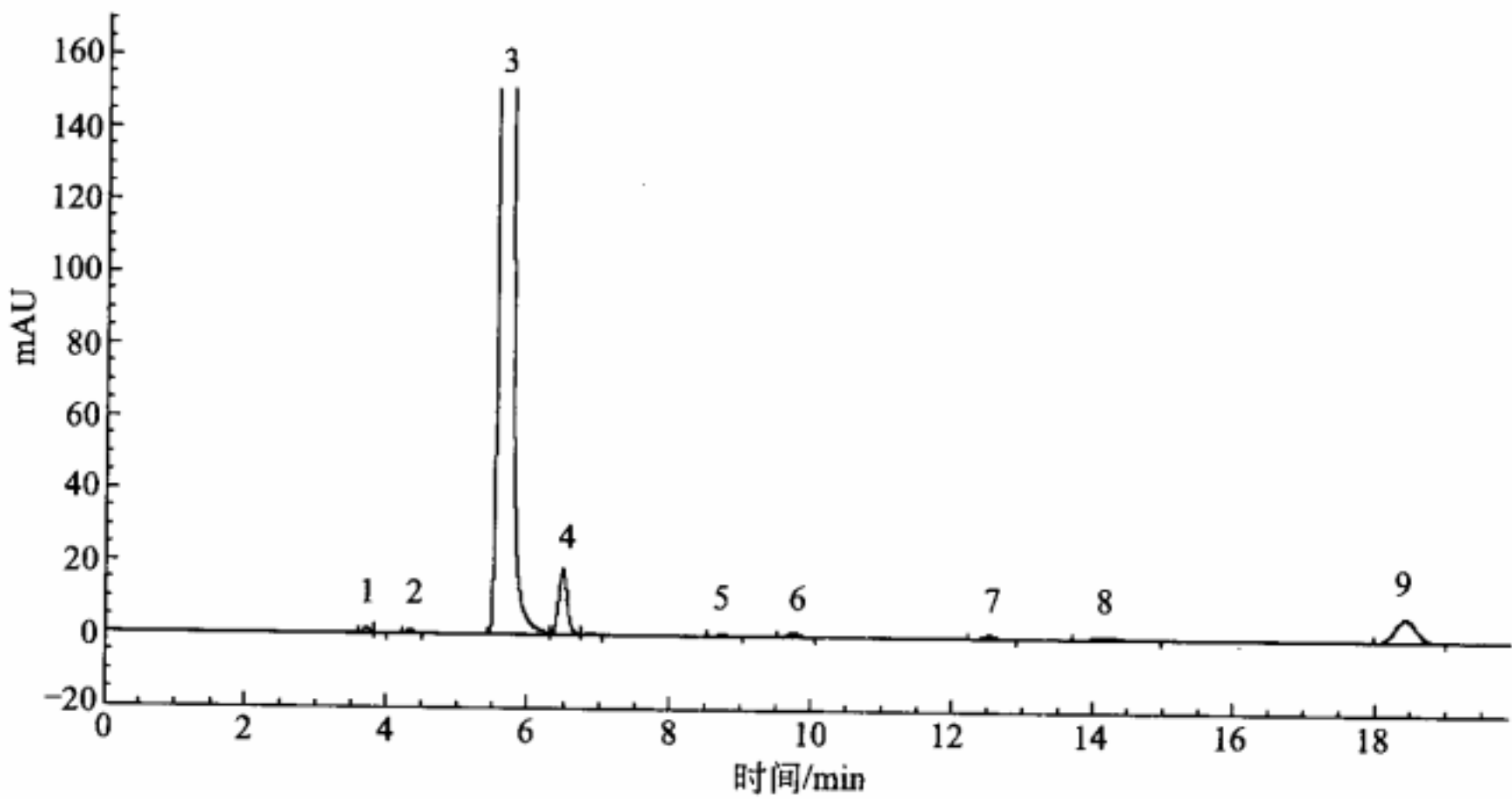
计算结果表示到小数点后两位。

5.4.8 允许差

2-氰基-4-硝基苯胺平行测定结果之差应不大于 0.30 %,其他有机杂质平行测定结果之差应不大于 0.10 %,取其算术平均值作为测定结果。

5.4.9 色谱示意图

色谱示意图见图 1。



- 1——溶剂;
- 2——未知物;
- 3——2-氰基-4-硝基苯胺;
- 4——2-氰基-6-硝基苯胺;
- 5~8——未知物;
- 9——聚合物。

图 1 2-氰基-4-硝基苯胺的色谱示意图

5.5 水分的测定

按 GB/T 2386—2006 中 3.4 的规定进行测定。

溶剂为(2+1)体积比的甲醇和  $N,N$ -二甲基甲酰胺的混合溶液,称取试样的质量为 3 g(精确至 0.000 2 g)。

水分平行测定结果之差应不大于 0.05 %(质量分数),取平行测定结果的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 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

2-氰基-4-硝基苯胺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 2-氰基-4-硝基苯胺都符合本标准的要求。

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时,干品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、贮存

7.1 标志

2-氰基-4-硝基苯胺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、批号和等级;
- d) 生产许可证编号和标志;
- e) 净含量。

7.2 标签

2-氰基-4-硝基苯胺产品应有标签,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

2-氰基-4-硝基苯胺用内衬塑料袋(塑料袋应扎口)的铁桶或纸板桶。每桶净含量  $25\text{ kg} \pm 0.25\text{ kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

2-氰基-4-硝基苯胺的运输过程中应防雨、防晒、防止碰破和压坏包装,避免产品直接暴露于空气中,防止变质。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

2-氰基-4-硝基苯胺应贮存于阴凉、通风干燥处。

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

**2-氨基-4-硝基苯胺**

HG/T 2078—2012

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$  字数9千字

2013年4月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1426

---

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调

---

定价:10.00 元

版权所有 违者