

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

G 56

备案号：65219—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2553—2018

代替 HG/T 2553—2010

2,4-二硝基氯苯

2,4-Dinitrochlorobenzene

2018-10-22 发布

2019-04-01 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 2553—2010 《2,4-二硝基氯苯》。与 HG/T 2553—2010 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了 2,4-二硝基氯苯纯度、低沸物含量、二硝基氯苯异构体含量、高沸物含量指标（见 3, 2010 年版的 3）；
- 修改了 2,4-二硝基氯苯纯度及有机杂质含量的测定方法中使用的溶剂（见 6.4.3, 2010 年版的 6.4.3）；
- 修改了 2,4-二硝基氯苯纯度及有机杂质含量的测定方法中使用的色谱柱 [见 6.4.2.3, 2010 年版的 6.4.2 e)]；
- 修改了 2,4-二硝基氯苯纯度及有机杂质含量测定的定量方法（见 6.4.1, 2010 年版的 6.4.1）；
- 修改了 2,4-二硝基氯苯纯度及有机杂质含量测定的计算公式（见 6.4.7, 2010 年版的 6.4.8）。

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：江苏地浦科技股份有限公司、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：段孝宁、刘梅、魏庆方、赵立新、季浩。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——HG/T 2553—1993；HG/T 2553—2003；HG/T 2553—2010。

2,4-二硝基氯苯

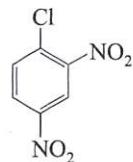
警告——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了2,4-二硝基氯苯的要求、安全信息、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2,4-二硝基氯苯产品的质量控制。

结构式：



分子式：C₆H₃ClN₂O₄

相对分子质量：202.55（按2015年国际相对原子质量）

CAS RN：97-00-7

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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志（mod ISO 780:1997）

GB/T 2385—2007 染料中间体 结晶点的测定通用方法（mod ISO 1392:1977）

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

GB 12268—2012 危险货物品名表

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15603 通用化学危险品贮存通则

GB/T 16483 化学品安全技术说明书 内容和项目顺序

3 要求

2,4-二硝基氯苯的质量要求应符合表1的规定。

表 1 2,4-二硝基氯苯的质量要求

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	浅黄色至浅棕色熔铸体			6.2
2	干品结晶点/℃	≥48.5	≥47.5	≥47.0	6.3
3	2,4-二硝基氯苯纯度/%	≥99.80	≥99.00	≥95.00	6.4
4	低沸物含量/%	≤0.05	≤0.15	≤0.20	6.4
5	二硝基氯苯异构体含量/%	≤0.20	≤1.00	≤4.50	6.4
6	高沸物含量/%	≤0.05	≤0.15	≤0.30	6.4
7	水分含量/%	≤0.50			6.5

4 安全信息

4.1 安全要求

根据 GB 12268—2012, 2,4-二硝基氯苯危险品编号为“UN: 1577”, 属于有毒物质, 具有中等毒性。使用及搬运时, 应严格注意安全。

4.2 安全技术说明书

按 GB/T 16483, 该产品出厂应提供详细的安全技术说明书。

安全技术说明书应包括如下内容:

- a) 提供该产品的危险性信息;
- b) 安全使用方法;
- c) 运输、贮存要求;
- d) 防护措施;
- e) 应急处理措施等。

5 采样

以批为单位采样, 生产厂以一次拼混均匀的产品为一批。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。采样时用探管采取包括上、中、下三部分的样品, 也可在出料口放料 1 桶~2 桶后取样。所采样品总量应不少于 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、采样日期、地点。一个供检验用, 另一个保存备查。

6 试验方法

6.1 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。

6.2 外观的评定

在自然北昼光下目视评定。

6.3 干品结晶点的测定

按 GB/T 2385—2007 规定的方法进行测定。干燥剂是 4 \AA 分子筛或 5 \AA 分子筛。

6.4 2,4-二硝基氯苯纯度及有机杂质含量的测定

6.4.1 方法原理

采用气相色谱法，在毛细管色谱柱上分离 2,4-二硝基氯苯及有机杂质，经氢火焰离子化检测器（FID）检测，采用峰面积归一化法定量。

6.4.2 仪器设备

6.4.2.1 气相色谱仪：仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中 6.3 和 6.4.2 的规定。

6.4.2.2 检测器：氢火焰离子化检测器（FID）。

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

6.4.2.4 微量注射器或自动进样器。

6.4.2.5 分析天平：精度为 0.001 g。

6.4.2.6 色谱工作站或积分仪。

6.4.2.7 超声波发生器。

6.4.3 试剂和溶液

二氯甲烷。

6.4.4 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
柱温/℃	200
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

6.4.5 试样溶液配制

先将整瓶试样置于70℃烘箱中熔化再摇匀，或者将整瓶试样粉碎搅拌均匀，然后称取约0.5g均匀试样（精确至0.001g），置于10mL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。

6.4.6 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。

6.4.7 结果计算

2,4-二硝基氯苯纯度及有机杂质含量以 w_i 计，按公式（1）计算：

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

式中：

A_i ——2,4-二硝基氯苯及各有机杂质的峰面积数值；

$\sum A_i$ ——2,4-二硝基氯苯及各有机杂质的峰面积数值的总和；

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。

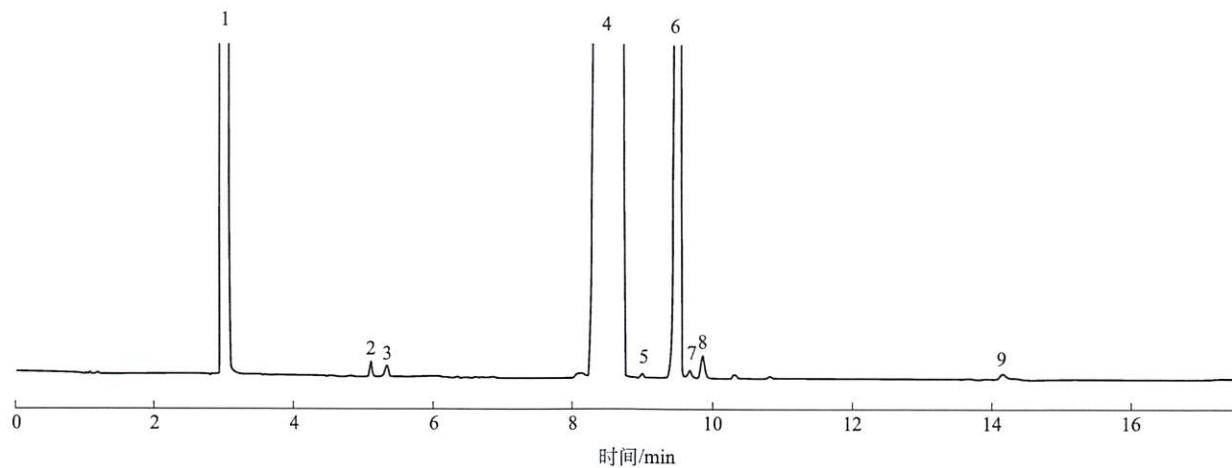
注：溶剂峰后至2,4-二硝基氯苯峰之前的组分为低沸物；2,4-二硝基氯苯至2,6-二硝基氯苯之间的组分（包括2,6-二硝基氯苯）为二硝基氯苯异构体；2,6-二硝基氯苯峰后所有组分为高沸物。

6.4.8 允许差

2,4-二硝基氯苯两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.20%，各有机杂质两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.05%，取其算术平均值作为测定结果。

6.4.9 色谱图

2,4-二硝基氯苯的气相色谱示意图见图1。



说明：

- 1——溶剂（二氯甲烷）；
- 2——低沸物；
- 3——低沸物；
- 4——2,4-二硝基氯苯；
- 5——二硝基氯苯异构体；
- 6——2,6-二硝基氯苯；
- 7——高沸物；
- 8——高沸物；
- 9——高沸物。

图 1 2,4-二硝基氯苯的气相色谱示意图

6.5 水分含量的测定

按 GB/T 2386—2014 中 3.4 的规定进行测定。

称取约 2.0 g (精确至 0.001 g) 试样，用三氯甲烷和甲醇按体积比 3 : 1 配制的混合溶剂溶解。计算结果保留到小数点后 2 位。

水分两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.05 % (质量分数)，取其算术平均值作为测定结果。

7 检验规则

7.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的 1~7 项为型式检验项目，其中 1~6 项为出厂检验项目。

正常生产的情况下每月进行一次型式检验。

有下列情况之一者要随时进行型式检验：

- a) 新产品最初定型时；
- b) 产品异地生产时；
- c) 生产配方、工艺及原材料有较大改变时；
- d) 停产 3 个月后又恢复生产时；
- e) 客户提出要求时。

7.2 出厂检验

2,4-二硝基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 2,4-二硝基氯苯均符合本标准的要求。

7.3 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的规定，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。

8 标志、标签、包装、运输、贮存

8.1 标志

2,4-二硝基氯苯的每个包装容器上都应按 GB 190 和 GB/T 191 中的有关规定涂印耐久、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) 生产许可证编号及标志；
- e) 净含量；
- f) 警示标志（毒性物质）。

8.2 标签

2,4-二硝基氯苯产品应有标签，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。

标签的编写应符合 GB 15258 的规定。

8.3 包装

2,4-二硝基氯苯用清洁、干燥的铁桶包装，并密封。每桶净含量 $300\text{ kg}\pm 2\text{ kg}$ 。产品包装应符合 GB 12463 及危险化学品包装的相关规定。

8.4 运输

2,4-二硝基氯苯运输过程中应轻取、轻放，防止日晒、雨淋。接触或搬运时应使用防护用品，防止直接接触皮肤或吸入体内。

8.5 贮存

2,4-二硝基氯苯应按 GB 15603 的相关规定进行贮存，贮存时应远离火源，放置在阴凉、干燥处。

中华人民共和国

化工行业标准

2,4-二硝基氯苯

HG/T 2553—2018

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)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数 17.0 千字

2019 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025 · 2609

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换。

定价：14.00 元

版权所有 违者必究