

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 56

备案号: 56325—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4022—2016

代替 HG/T 4022—2008

对氯邻硝基苯胺 (红色基 3GL)

p-Chloro-*o*-nitroaniline (Red base 3GL)

2016-10-22 发布

2017-04-01 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《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 4022—2008《对氯邻硝基苯胺（红色基 3GL）》。与 HG/T 4022—2008 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 CAS RN（见 1）；
- 产品规格修改为产品等级，指标做相应修改（见 3，2008 年版的 3）；
- 删除了有机杂质总含量指标（见 2008 年版的 3）；
- 增加了干品初熔点测定方法的允许差（见 6.3）；
- 增加了水分测定方法的允许差（见 6.6）；
- 修改了“标志、标签”内容（见 8.1、8.2，2008 年版的 7.1）；
- 增加了包装规定中净含量误差范围（见 8.3）；
- 增加了危险化学品在包装、运输和贮存上的要求（见 8.3、8.4、8.5）。

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：江苏隆昌化工有限公司、国家染料质量监督检验中心、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：吕双、吴春江、沈日炯、张剑宇。

本标准于 2008 年 4 月首次发布，本次为第一次修订。

对氯邻硝基苯胺（红色基 3GL）

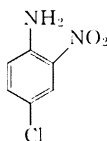
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了对氯邻硝基苯胺（红色基 3GL）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。

本标准适用于对氯邻硝基苯胺的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_6H_5ClN_2O_2$

相对分子质量：172.57（按 2013 年国际相对原子质量）

CAS RN：89-63-4

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

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 2384 染料中间体 熔点范围测定通用方法

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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 常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

对氯邻硝基苯胺的质量应符合表 1 的要求。

HG/T 4022—2016

表 1 对氯邻硝基苯胺的质量要求

项 目	指 标			标准章条号
	优等品	一等品	合格品	
(1) 外观	橘红色粉末	橘红色或红色针状结晶		6.2
(2) 干品初熔点/℃	≥115.0	≥114.0	≥113.0	6.3
(3) 对氯邻硝基苯胺的质量分数(氨基值)/%	≥95.00	≥85.00	≥80.00	6.4
(4) 对氯邻硝基苯胺纯度/%	≥99.50	≥99.30	≥99.00	6.5
(5) 水分的质量分数/%	≤5.0	≤15.0	≤20.0	6.6

4 安全信息

4.1 安全

根据 GB 12268—2012 的规定，对氯邻硝基苯胺为 6.1 类毒性物质，危险品编号为“UN: 2237”。遇明火、高热可燃。受高热分解，放出有毒的烟气。触及皮肤易经皮肤吸收或误食吸入会引起中毒。使用及搬运时，应穿戴劳动保护用品，严格注意安全。

4.2 安全技术说明书

按 GB/T 16483 的规定，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) 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、密封良好的避光容器中，其上粘贴标签，注明产品名称、批号、生产厂名称、取样日期和地点。一个供检验，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和 GB/T 6682—2008 规定的三级水。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 和 GB/T 603 的规定制备与标定。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

在自然北昼光下采用目视评定。

6.3 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384 的规定进行测定，样品在 90℃ 烘干 2 h。

干品初熔点平行测定结果的绝对差值应不大于 0.1℃，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

6.4 对氯邻硝基苯胺的质量分数（氨基值）的测定

6.4.1 测定原理

采用重氮化法。

利用芳香族伯胺在低温及过量无机酸存在条件下与亚硝酸钠发生重氮化反应生成重氮盐的原理进行测定。

6.4.2 试剂和溶液

6.4.2.1 冰乙酸。

6.4.2.2 盐酸溶液：盐酸与水的体积比为 1 : 1。

6.4.2.3 溴化钾溶液：100 g/L。

6.4.2.4 亚硝酸钠标准滴定溶液： $c(\text{NaNO}_2) = 0.25 \text{ mol/L}$ ，终点判定用淀粉-碘化钾试纸。

6.4.2.5 淀粉-碘化钾试纸。

6.4.3 测定步骤

称取约 1.0 g（精确至 0.000 1 g）试样，置于 500 mL 烧杯中，加入 35 mL 冰乙酸，微热溶解。用水稀释至 350 mL，加入 50 mL 盐酸溶液、10 mL 溴化钾溶液，冷却至 5℃~10℃。将滴定管尖端插入溶液中，在不断搅拌下用亚硝酸钠标准滴定溶液进行滴定，滴定近终点时（占消耗量的 90% 左右）把滴定管尖端提离液面，继续滴定，直至使淀粉-碘化钾试纸呈现微蓝色润圈并保持 5 min 不变即为终点。

在相同条件下做空白试验。

6.4.4 结果计算

对氯邻硝基苯胺的质量分数（氨基值）以 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{c(V - V_0)M}{m \times 1000} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——试样消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

M ——对氯邻硝基苯胺的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） [$M(\text{C}_6\text{H}_5\text{ClN}_2\text{O}_2) = 172.57$]。

计算结果保留到小数点后 2 位。

HG/T 4022—2016

6.4.5 允许差

对氯邻硝基苯胺的质量分数（氨基值）两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.3%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

6.5 对氯邻硝基苯胺纯度的测定

6.5.1 测定原理

采用高效反相液相色谱法，在十八烷基键合柱上以甲醇和水及有机盐为流动相分离对氯邻硝基苯胺及各有机杂质组分，经紫外检测器（254 nm 波长）检测，用峰面积归一化法计算对氯邻硝基苯胺纯度。

6.5.2 仪器设备

6.5.2.1 液相色谱仪：输液泵——流量范围 0.1 mL/min~5.0 mL/min，在此范围内其流量稳定性为±1%；检测器——多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器。

6.5.2.2 色谱柱：长为 150 mm、内径为 4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 C₁₈ ODS，粒径 5 μm。

6.5.2.3 色谱工作站或积分仪。

6.5.2.4 平头微量注射器：10 μL~25 μL。

6.5.2.5 超声波发生器。

6.5.3 试剂和溶液

6.5.3.1 甲醇：色谱纯。

6.5.3.2 四甲基溴化铵水溶液：含四甲基溴化铵 2 g/L。

6.5.3.3 水：经 0.45 μm 膜过滤。

6.5.4 色谱分析条件

6.5.4.1 流动相：甲醇与四甲基溴化铵水溶液的体积比=60：40。

6.5.4.2 波长：254 nm。

6.5.4.3 流量：0.8 mL/min。

6.5.4.4 进样量：5 μL。

6.5.4.5 柱温：室温。

可根据不同仪器设备选择最佳分析条件，流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。

6.5.5 溶液的制备

称取 0.03 g（精确至 0.001 g）对氯邻硝基苯胺试样于 25 mL 棕色容量瓶中，加甲醇溶解，稀释至刻度，混合均匀，于超声波发生器中振荡、充分溶解，备用。

6.5.6 测定步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后，用平头微量注射器吸取 5 μL 试样溶液注入进样阀中，待最后一个组分流完（色谱图见图 1），用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

6.5.7 结果计算

对氯邻硝基苯胺纯度以 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A ——试样中对氯邻硝基苯胺的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中对氯邻硝基苯胺及各有机杂质的峰面积之和。

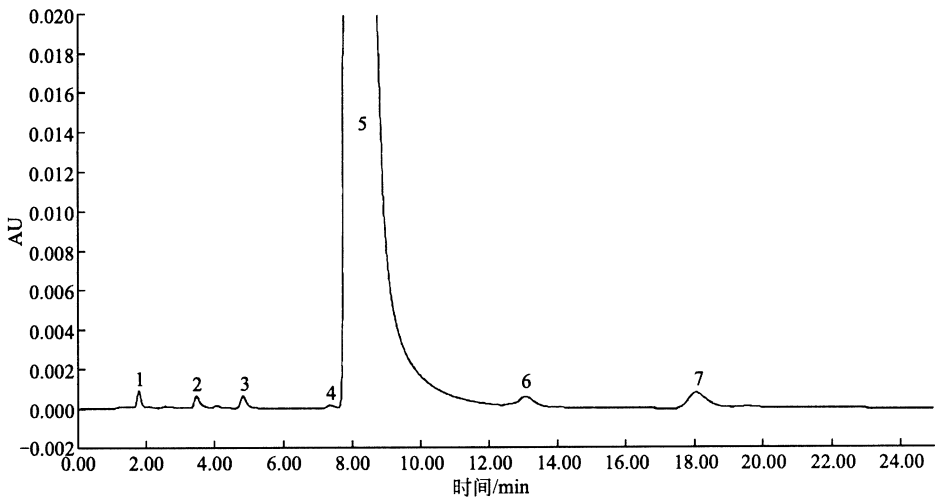
计算结果保留到小数点后 2 位。

6.5.8 允许差

对氯邻硝基苯胺纯度两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.3 %，取其算术平均值作为测定结果。

6.5.9 色谱图

色谱图见图 1。



说明：

- 1 未知物；
- 2 邻硝基苯胺；
- 3 邻氯对硝基苯胺；
- 4 未知物；
- 5 对氯邻硝基苯胺；
- 6 2,5-二氯硝基苯；
- 7 3,4-二氯硝基苯。

图 1 对氯邻硝基苯胺色谱图

6.6 水分的测定

按 GB/T 2386—2014 中 3.2 的规定进行。称取样品 3 g~5 g。在 90 °C 烘干 4 h。

水分两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.1 %（质量分数），取平行测定结果的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 中规定的所有项目均为出厂检验项目。

HG/T 4022—2016

7.2 出厂检验

对氯邻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对氯邻硝基苯胺都符合本标准的要求。

7.3 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求，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、运输和贮存

8.1 标志

对氯邻硝基苯胺的每个包装上都应按 GB 190 和 GB/T 191 的有关规定涂上牢固、清晰的危险化学品标志和相关的安全储运标志。

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) 生产许可证编号和标志；
- e) 净含量；
- f) 警示标志（毒性物质）。

8.2 标签

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，并应符合 GB 15258 化学品安全标签编写规定。

8.3 包装

对氯邻硝基苯胺装于内衬塑料袋的编织袋或铁桶中，每桶净含量 25 kg±0.25 kg 或 50 kg±0.50 kg。其他包装可与用户协商确定。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

运输时防止曝晒、碰撞和雨淋。搬运中需小心轻放，不可与皮肤接触，防止吸入人体内。

8.5 贮存

对氯邻硝基苯胺是毒性物质，应按 GB 15603 及相关规定密闭贮存于阴凉、干燥并具有良好通风的库房内，切勿暴晒和雨淋，不可与易燃物放在一起，并远离火源和热源。
