

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 56

备案号: 65220—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4246—2018

代替 HG/T 4246—2011

2,5-二氯硝基苯

2,5-Dichloronitrobenzene

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 4246—2011《2,5-二氯硝基苯》。与 HG/T 4246—2011 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了 2,5-二氯硝基苯纯度、3,4-二氯硝基苯含量、低沸物含量技术指标(见 3,2011 年版的 3);
- 修改了外观评定方法(见 6.2,2011 年版的 6.2);
- 修改了 2,5-二氯硝基苯纯度允许差(见 6.4.7,2011 年版的 6.4.7)。

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、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:吕双、张剑宇、姬兰琴、吴春江。

本标准于 2011 年 12 月首次发布,本次为第一次修订。

2,5-二氯硝基苯

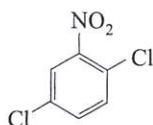
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 2,5-二氯硝基苯的要求、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 2,5-二氯硝基苯产品的质量控制。

结构式：



分子式： $C_6H_3Cl_2NO_2$

相对分子质量：192.00（按 2015 年国际相对原子质量）

CAS RN：89-61-2

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

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

2,5-二氯硝基苯的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 2,5-二氯硝基苯的质量要求

序号	项 目	指 标		试验方法章条号
		一等品	合格品	
1	外观	淡黄色结晶		6.2
2	干品结晶点/℃	≥52.8	≥52.0	6.3
3	2,5-二氯硝基苯纯度/%	≥99.80	≥99.50	6.4
4	3,4-二氯硝基苯含量/%	≤0.10	≤0.20	6.4
5	低沸物含量/%	≤0.05	≤0.10	6.4
6	高沸物含量/%	≤0.10	≤0.20	6.4
7	水分质量分数/%	≤0.10		6.5

4 安全信息

4.1 安全

根据 GB 12268—2012 的规定，2,5-二氯硝基苯为 6.1 类毒性物质，危险品编号为“UN: 61679”。2,5-二氯硝基苯遇明火、高热可燃。与氧化剂能发生强烈反应。对皮肤及黏膜有刺激作用。受高热分解，放出有毒的烟气。使用及搬运时应采取必要的防护措施，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。所采产品的包装必须完好，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，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、取样日期、取样地点。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

在自然北昼光下采用目视评定。

6.3 干品结晶点的测定

按 GB/T 2385—2007 中的规定进行测定。用 5 Å 分子筛干燥 30 min。

6.4 2,5-二氯硝基苯纯度及其有机杂质含量的测定

6.4.1 测定原理

采用毛细管柱气相色谱法对 2,5-二氯硝基苯及其有机杂质进行分离，使用氢火焰离子化检测器 (FID) 进行检测，2,5-二氯硝基苯纯度及其有机杂质含量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 的规定。

6.4.2.2 检测器：氢火焰离子化检测器 (FID)。

6.4.2.3 色谱柱：内径 0.32 mm，长 30 m，膜厚 1 μm 的毛细管柱，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。

6.4.2.4 自动进样器或微量注射器。

6.4.2.5 超声波发生器。

6.4.2.6 分析天平：感量 ±1 mg。

6.4.2.7 色谱工作站或积分仪。

6.4.3 试剂

二氯甲烷。

6.4.4 色谱操作条件

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) 流量/(mL/min)	20
分流比	30 : 1
柱温	初始温度 170 ℃，保持 10 min，以 20 ℃/min 的速率升温至 240 ℃，保持 2 min

6.4.5 测定步骤

6.4.5.1 试样溶液的配制

称取约 0.5 g (精确至 0.001 g) 2,5-二氯硝基苯试样于 10 mL 容量瓶中, 加入二氯甲烷溶解并定容。

6.4.5.2 测定

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后, 用自动进样器或微量注射器进 1.0 μL 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。

6.4.6 结果计算

2,5-二氯硝基苯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 ——2,5-二氯硝基苯及各有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——2,5-二氯硝基苯及各有机杂质的峰面积数值的总和。

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

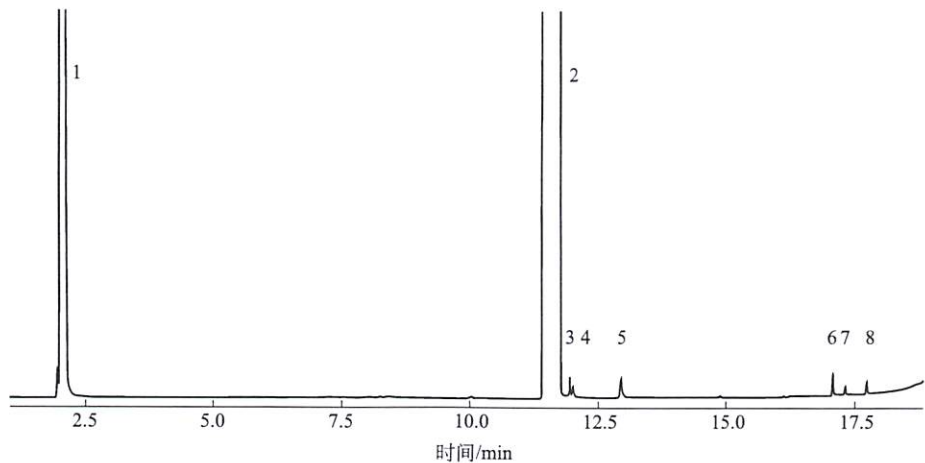
注: 2,5-二氯硝基苯之前所有流出组分为低沸物, 2,5-二氯硝基苯之后除 3,4-二氯硝基苯外所有流出组分为高沸物。

6.4.7 允许差

2,5-二氯硝基苯纯度两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.10 %, 各有机杂质含量两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.03 %, 取其算术平均值作为测定结果。

6.4.8 色谱图

色谱示意图如图 1 所示。



- 说明：
- 1——溶剂；
 - 2——2,5-二氯硝基苯；
 - 3——2,4-二氯硝基苯；
 - 4——3,4-二氯硝基苯；
 - 5——2,3-二氯硝基苯；
 - 6——高沸物；
 - 7——高沸物；
 - 8——高沸物。

图 1 2,5-二氯硝基苯气相色谱示意图

6.5 水分质量分数的测定

按 GB/T 2386—2014 中 3.4 的规定进行测定。2,5-二氯硝基苯的称样量约 2 g，样品溶剂为 1 体积甲醇和 3 体积三氯甲烷混合溶液。

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 中规定的项目均为出厂检验项目。

7.2 出厂检验

2,5-二氯硝基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 2,5-二氯硝基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、运输和贮存

8.1 标志

2,5-二氯硝基苯的每个包装上都应按 GB 190 和 GB/T 191 中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) 生产许可证编号及标志；
- e) 净含量；
- f) 警示标志（毒性物质）。

8.2 标签

2,5-二氯硝基苯产品应有标签，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，并应符合 GB 15258 的规定。

8.3 包装

2,5-二氯硝基苯装于内衬塑料袋的编织袋或铁桶中，每袋/桶净含量 $40\text{ kg} \pm 0.4\text{ kg}$ 。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

2,5-二氯硝基苯运输时防止曝晒、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

2,5-二氯硝基苯是毒性物质，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，切勿曝晒和雨淋，不可与易燃物放在一起，并远离火源和热源。

中华人民共和国

化工行业标准

2,5-二氯硝基苯

HG/T 4246—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：155025·2610

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