

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:38665—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4486—2012

2,4-二硝基苯胺

2,4-Dinitroaniline

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：寿光市兴海化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。
本标准主要起草人：邓宏波、季浩。

2,4-二硝基苯胺

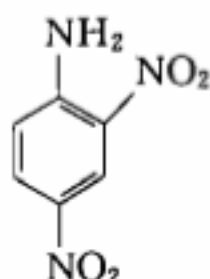
警告——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 2,4-二硝基苯胺的要求、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 2,4-二硝基苯胺的产品质量检验。

结构式:



分子式: $C_6H_5N_3O_4$

相对分子质量: 183.12 (按 2009 年国际相对原子质量)

CAS RN: 97-02-9

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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 1266 化学试剂 氯化钠

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

GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

GB 12268—2005 危险货物物品名表(neq 联合国危险货物运输)

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

GB/T 21876 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

3 要求

2,4-二硝基苯胺的质量应符合表 1 的要求。

表 1 2,4-二硝基苯胺的质量要求

项 目	指 标		试验方法
	一等品	合格品	
(1)外观	黄色至黄棕色结晶状粉末		6.2
(2)2,4-二硝基苯胺的纯度(GC)/%	≥99.50	99.00	6.3
(3)干品初熔点/℃	≥178.0	176.0	6.4
(4)水分的质量分数/%	≤10.0	10.0	6.5
(5)氯化铵含量/%	≤0.20	—	6.6
(6)2,4-二硝基氯苯含量(GC)/%	≤0.10	—	6.3
(7)2,6-二硝基苯胺含量(GC)/%	≤0.10	—	6.3
(8)灰分的质量分数/%	≤0.10	—	6.7

4 安全信息

4.1 安全

根据 GB 12268—2005 规定,2,4-二硝基苯胺属于 6.1 类毒性物质,危险品编号为 CN:61778,遇明火、高热可燃。与强氧化剂可发生反应。急剧加热时可发生爆炸。对眼睛、黏膜、呼吸道及皮肤有刺激作用。吸收进入体内导致形成高铁血红蛋白而引起紫绀。中毒表现有恶心、眩晕、头痛。吸入、摄入或经皮肤吸收可能致死。使用及搬运过程中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 16483,2,4-二硝基苯胺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) 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,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 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。

6.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

6.3 2,4-二硝基苯胺纯度及有机杂质的测定

6.3.1 方法提要

采用毛细管柱气相色谱法,用峰面积归一化法求得 2,4-二硝基苯胺纯度以及 2,4-二硝基氯苯含量和 2,6-二硝基苯胺含量。

6.3.2 试剂

- a) 丙酮;
- b) 2,4-二硝基氯苯,含量大于 99.0 %(质量分数);
- c) 2,6-二硝基苯胺,含量大于 99.0 %(质量分数)。

6.3.3 仪器设备

- a) 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;
- b) 检测器:氢火焰离子化检测器(FID);
- c) 色谱柱:内径 0.32 mm,长 30 m,膜厚 0.25 μm,固定相为 100 %甲基聚硅氧烷(如 HP-1 或能达到同等分离效果的其他毛细管柱);
- d) 微量注射器;
- e) 色谱工作站或积分仪。

6.3.4 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2 所示。

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	10 : 1
柱温/℃	240

可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件。

6.3.5 测定步骤

6.3.5.1 试样溶液的制备

称取 2,4-二硝基苯胺试样约 0.3 g(精确至 0.1 g),于 10 mL 容量瓶中,加丙酮溶解,并稀释至刻度,混合均匀。此溶液为试样溶液。

6.3.5.2 测定

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,进试样溶液 1.0 μL,待出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理。2,4-二硝基氯苯和 2,6-二硝基苯胺的色谱峰位置用标准样品保留时间确定。

6.3.6 结果计算

2,4-二硝基苯胺的纯度及 2,4-二硝基氯苯含量和 2,6-二硝基苯胺含量以 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 ——各组分的峰面积数值；

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积数值的总和。

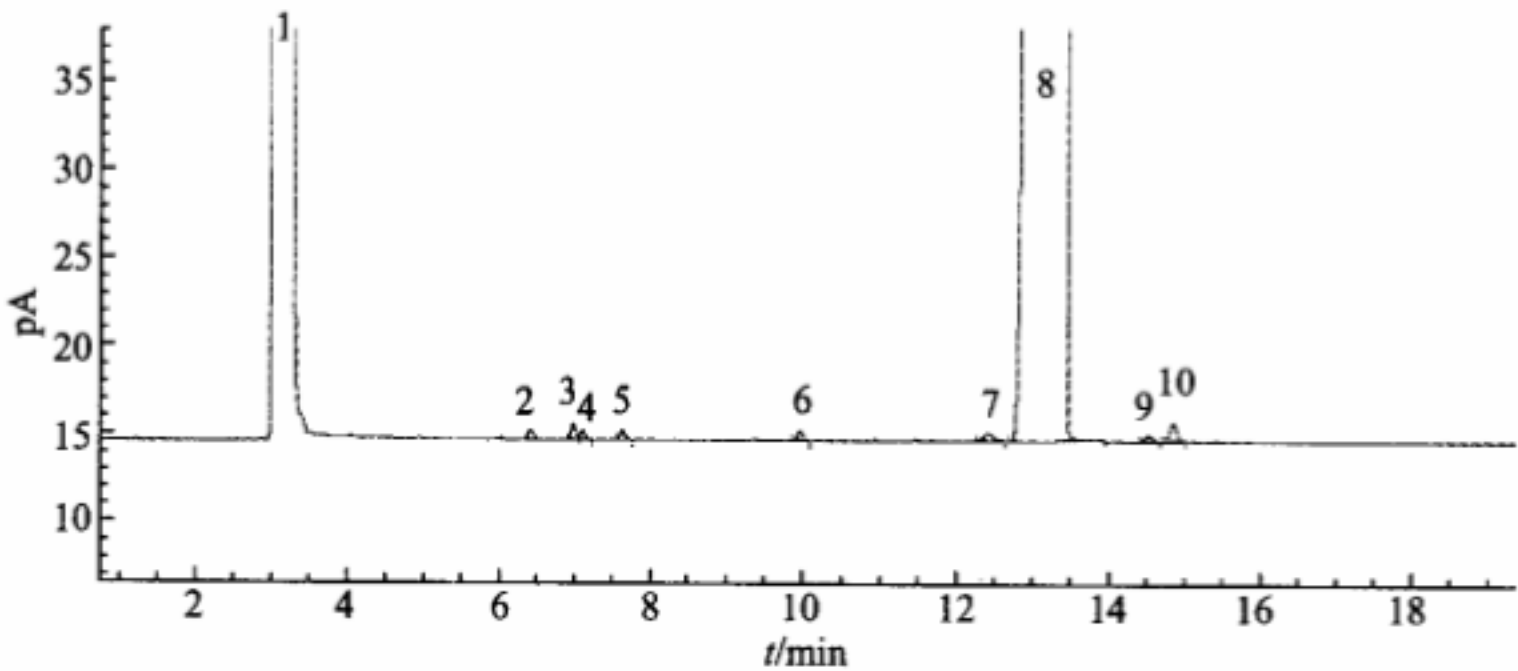
计算结果保留到小数点后两位。

6.3.7 允许差

2,4-二硝基苯胺纯度平行测定结果之差应不大于 0.30 %，2,4-二硝基氯苯和 2,6-二硝基苯胺平行测定结果之差应不大于 0.010 %，取其算术平均值作为测定结果。

6.3.8 色谱图

色谱图见图 1。



- 1——溶剂；
- 2——2,4-二硝基氯苯；
- 3,4,6,7,9,10——有机杂质；
- 5——2,6-二硝基苯胺；
- 8——2,4-二硝基苯胺。

图 1 2,4-二硝基苯胺气相色谱示意图

6.4 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384—2007 中的规定进行。
干燥温度 100 ℃~105 ℃。

6.5 水分的质量分数测定

按 GB/T 2386—2006 中 3.2 的规定进行。
称样量 2 g~3 g(精确至 0.000 2 g)。
平行测定结果之差不大于 0.1 % (质量分数)，取其算术平均值作为测定结果。

6.6 氯化铵质量分数的测定

6.6.1 原理

采用离子色谱电导检测器及阴离子色谱柱，以 4.5 mmol/L 碳酸钠和 0.8 mmol/L 碳酸氢钠混合水溶液为淋洗液，以保留时间定性、峰面积外标法定量测定 2,4-二硝基苯胺中的氯离子(Cl⁻)含量，折算为氯化铵的质量分数。

6.6.2 试剂

- a) 碳酸钠；
- b) 碳酸氢钠；
- c) 氯化钠：优级纯，应符合 GB/T 1266 的规定。或购买市售法定(SI)计量单位的标准溶液。

6.6.3 仪器设备

- a) 离子色谱仪：电导检测器；抑制器；
- b) 色谱柱：Ion PacAS23 内径 4.0 mm，长度 150 mm；

- c) 保护柱: Ion PacAG23 内径 4.0 mm, 长度 50 mm;
- d) 色谱工作站;
- e) 注射器: 平头, 0.1 mL;
- f) 定量环: 10 μ L。

6.6.4 色谱分析条件

- a) 淋洗液: 4.5 mmol/L 碳酸钠和 0.8 mmol/L 碳酸氢钠混合水溶液;
- b) 流速: 1.0 mL/min;
- c) 进样量: 10 μ L;
- d) 柱温: 30 $^{\circ}$ C。

6.6.5 溶液配制

6.6.5.1 氯离子标准溶液的配制

将氯化钠在 500 $^{\circ}$ C 灼烧至恒重, 然后称取 0.1 g 左右(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中, 加水溶解并定容, 配成浓度为 0.607 mg/mL 氯离子溶液。分别吸取 0.1 mL、0.5 mL、2 mL、6 mL、10 mL 于 5 只 100 mL 容量瓶中, 加水稀释、定容, 配成五种浓度的标准溶液, 备用。

6.6.5.2 试样标准溶液的配制

称取 2,4-二硝基苯胺 1.0 g 左右(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中, 加入约 50 mL 水并剧烈振摇, 尽量使样品中的氯化铵溶解到水中, 定容。

6.6.6 测定步骤

待仪器运行稳定后, 用注射器分别吸取五种标准溶液和样品溶液注满定量环进样, 待氯离子峰流出完毕, 用色谱工作站进行结果处理。测定标准溶液中氯离子的峰面积并绘制标准曲线, 再根据标准曲线求出样品中氯离子的含量, 根据氯离子的含量计算出样品中氯化铵的质量分数。

6.6.7 结果计算

氯离子的标准曲线方程按式(2)计算:

$$A = kc - b \dots\dots\dots (2)$$

试样中氯化铵的含量以质量分数 w_2 计, 数值用%表示, 按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{cVnM_1}{mM_2} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

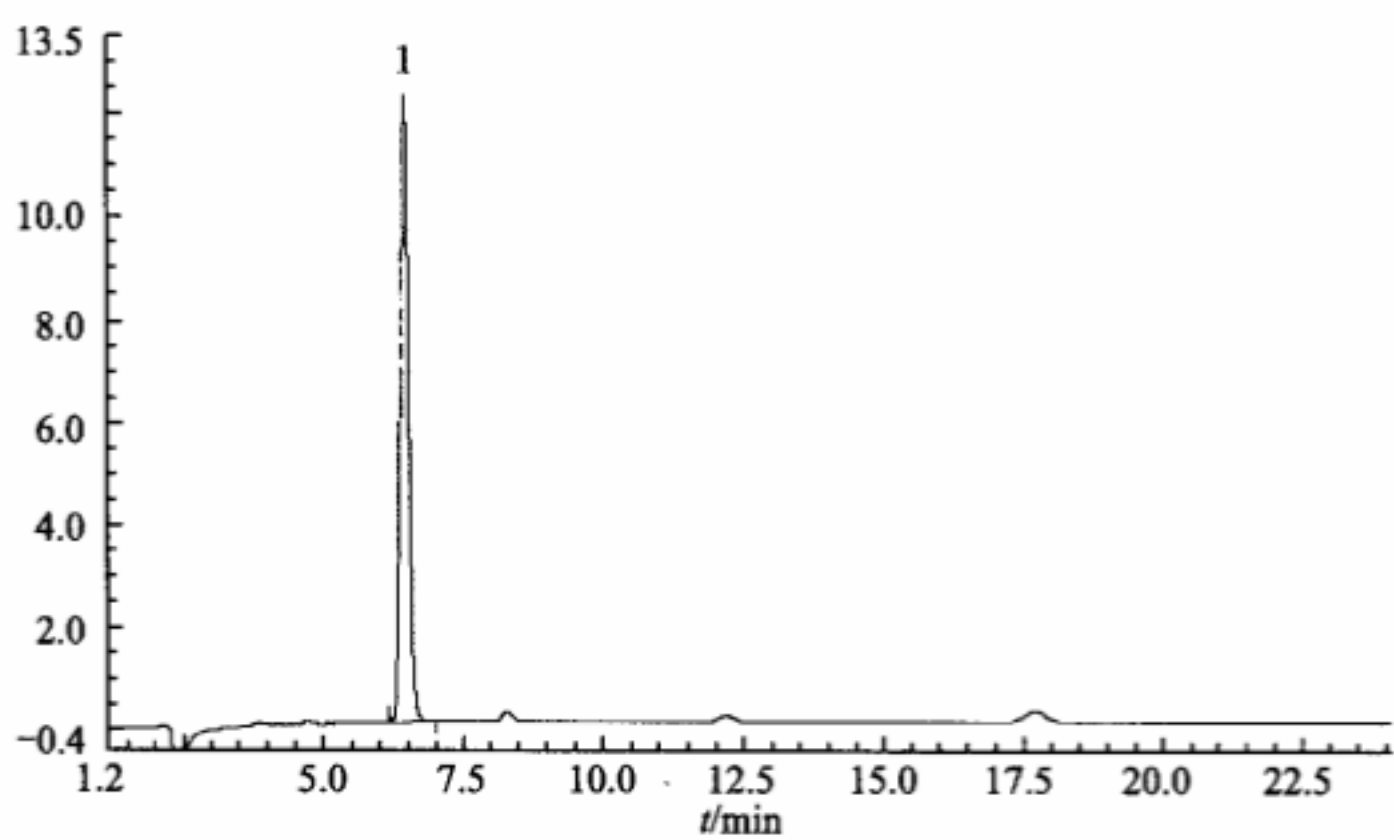
式中:

- A——标准溶液或试样溶液中氯离子的峰面积的数值;
- c——标准溶液或试样溶液中氯离子的浓度, 单位为克每毫升(g/mL);
- k——氯离子标准曲线方程的常数, 由色谱工作站给出;
- b——氯离子标准曲线方程的常数, 由色谱工作站给出;
- V——试样溶液最终定容体积的数值, 单位为毫升(mL);
- n——试样的稀释倍数的数值;
- m——试样的质量的数值, 单位为克(g);
- M_1 ——氯化铵的摩尔质量数值, 单位为克每摩尔(g/mol), 本公式中取值 54.5;
- M_2 ——氯离子的摩尔质量数值, 单位为克每摩尔(g/mol), 本公式中取值 36.5。

计算结果表示到小数点后两位。

6.6.8 离子色谱图

离子色谱图见图 2。



1——氯离子。

图 2 2,4-二硝基苯胺离子色谱示意图

6.7 灰分的质量分数测定

按 GB/T 21876 中的规定进行测定。称样量 5 g,灼烧温度 750 ℃±25 ℃。

7 检验规则

7.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 所列的所有检验项目均为型式检验项目,除表 1 中(5)~(8)项外,其余均为出厂检验项目,应逐批进行检验。在正常连续生产情况下,每个月至少进行一次型式检验。但如有下述情况需进行型式检验:

- 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) 停产三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 2,4-二硝基苯胺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时,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

2,4-二硝基苯胺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) 生产许可证编号和标志(如适用);
- 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。

标签的编写应符合 GB 15258 的规定。

8.3 包装

2,4-二硝基苯胺用内衬塑料袋的编织袋包装,每袋净含量 $25\text{ kg}\pm 0.2\text{ kg}$ 或 $50\text{ kg}\pm 0.2\text{ kg}$ 。其他包装可与用户协商确定。产品的包装应符合 GB 12463 的有关规定。

8.4 运输

运输时应避免皮肤与产品直接接触,同时注意轻取轻放,防止日晒、碰撞和雨淋。

8.5 贮存

贮存应符合 GB 15603 的有关规定。贮存时应远离火源,放置阴凉干燥处。防止阳光直射。保持容器密封。应与氧化剂、酸类、食用化工原料分开存放。

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

2,4-二硝基苯胺

HG/T 4486—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 1/4 字数 16 千字

2013 年 4 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·1487

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：12.00 元

版权所有 违者必究