

ICS 71.080.30; 71.080.99
G 17
备案号: 65328~65330—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5393~5395—2018

工业用三甲基一氯硅烷、 工业用对甲苯磺酰氯和 工业用对硝基苯甲酰氯 (2018)

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

目 录

HG/T 5393—2018	工业用三甲基一氯硅烷	(1)
HG/T 5394—2018	工业用对甲苯磺酰氯	(13)
HG/T 5395—2018	工业用对硝基苯甲酰氯	(27)

ICS 71.080.30

G 17

备案号: 65330—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5395—2018

工业用对硝基苯甲酰氯

p-Nitrobenzoyl chloride for industrial use

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。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准负责起草单位：山东凯盛新材料股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准参加起草单位：山东凯斯通化学有限公司。

本标准主要起草人：李文娟、田恒强、贾远超、高静、张善民、孙丰春、王志亮。

工业用对硝基苯甲酰氯

警示——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的安全和健康措施，并应符合国家有关法规的规定。

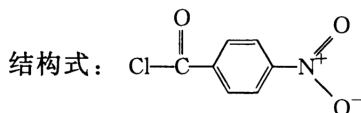
1 范围

本标准规定了工业用对硝基苯甲酰氯的要求、试验方法、检验规则以及标识、包装、运输和贮存等。

本标准适用于以对硝基苯甲酸和氯化亚砷为原料，经酰化、精馏等过程制得的对硝基苯甲酰氯。

化学名称：4-硝基苯甲酰氯

分子式： $C_7H_4ClNO_3$



相对分子质量：185.57（按 2016 年国际相对原子质量）

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 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB 15258 化学危险品安全标签编写规定
- GB/T 16631 高效液相色谱法通则

3 要求

3.1 外观：微黄色或黄色片状结晶或颗粒。

3.2 工业用对硝基苯甲酰氯的技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标	
	优等品	合格品
对硝基苯甲酰氯, $w/\%$	≥ 99.5	≥ 99.0
对硝基苯甲酸, $w/\%$	≤ 0.1	≤ 0.3
对氯苯甲酰氯, $w/\%$	≤ 0.3	≤ 0.6
游离氯, $w/\%$	≤ 0.1	≤ 0.1

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况, 操作者应采取适当的安全和防护措施。

4.2 一般规定

本标准所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。

4.3 对硝基苯甲酰氯、对硝基苯甲酸、对氯苯甲酰氯的测定

4.3.1 方法提要

采用高效液相色谱法, 试样用甲醇溶解并酯化, 在选定色谱条件下将待测试液注入液相色谱仪中, 通过液相色谱柱使样品中各组分分离, 用紫外吸收检测器检测, 按面积归一化法定量计算。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 甲醇: 色谱纯, 质量分数 $\geq 99.9\%$ 。

4.3.2.2 冰乙酸: 色谱纯。

4.3.2.3 水: 符合 GB/T 6682 中一级水规格。

4.3.2.4 流动相: A 为甲醇: 冰乙酸 = 99:1 (V:V), B 为水: 冰乙酸 = 99:1 (V:V)。

4.3.3 仪器设备

高效液相色谱仪: 配有可变波长的紫外吸收检测器, 其灵敏度和稳定性应符合 GB/T 16631 的规定, 仪器的线性范围应满足分析要求。配置数据工作站。

4.3.4 色谱柱及典型色谱工作条件

本标准推荐的色谱柱及典型色谱工作条件见表 2, 典型液相色谱图见附录 A 中图 A.1, 各组分相对保留值见附录 A 中表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱工作条件均可使用。

表 2 色谱柱及典型色谱工作条件

参数名称	参 数 值		
色谱柱	C ₁₈ 、150 mm×4.6 mm、5.0 μm 的不锈钢柱， 填充以多孔球形硅胶为基质、表面键合十八烷基官能团的非极性填料		
柱温	30 ℃		
检测波长	254 nm		
进样量	10 μL		
流动相流速	1.5 mL/min		
梯度洗脱	时间	流动相 A	流动相 B
	0 min	37 %	63 %
	25 min	90 %	10 %

4.3.5 分析步骤

称取 0.1 g 样品（精确至 0.000 1 g），置于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 甲醇，于磁力搅拌器上搅拌，搅拌时间为 30 min。

启动色谱仪，在选定的典型色谱工作条件下，仪器基线稳定后可进样检测，仪器工作站自动采集信号出峰，样品检测完毕，色谱工作站记录测量各组分的峰面积。

4.3.6 结果计算

组分 *i* 的质量分数 *w_i*，按公式（1）计算：

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

式中：

A_i——组分 *i* 的峰面积；

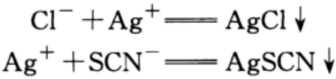
∑*A_i*——所有组分的峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。对硝基苯甲酰氯两次平行测定结果之差不得大于 0.2 %；对硝基苯甲酸、对氯苯甲酰氯两次平行测定结果之差不得大于 0.02 %。

4.4 游离氯的测定

4.4.1 方法提要

工业用对硝基苯甲酰氯中存在游离氯，用甲苯溶解样品，以水萃取，游离氯存在水相中，留取水相，用过量硝酸银沉淀出氯化银，再用硫氰酸铵滴定出过量的银，从而得到游离氯含量。



4.4.2 试剂

4.4.2.1 甲苯。

4.4.2.2 硝酸溶液：1+3。

量取 100 mL 硝酸，加入 300 mL 水中，混匀。

4.4.2.3 硫酸铁铵溶液：80 g/L。

称取 8 g 硫酸铁铵，加入 75 mL 水，加几滴硫酸溶解，过滤，定容至 100 mL。

4.4.2.4 硝酸银标准滴定溶液：0.1 mol/L。

4.4.2.5 硫氰酸铵标准滴定溶液：0.1 mol/L。

4.4.3 测定步骤

称取 2 g 样品（精确至 0.000 1 g），置于 250 mL 分液漏斗中，加入 50 mL 甲苯溶解。分别加入 20 mL 水萃取 3 次，放出分液漏斗下层液收集于 250 mL 锥形瓶中，加入 10.00 mL 硝酸银标准滴定溶液，加入 5 mL 硝酸溶液，加入 1 mL 硫酸铁铵溶液，用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定至黄棕色为终点，记录消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积。同时做空白试验。

4.4.4 结果计算

游离氯含量以质量分数表示，按公式（2）计算：

$$w = \frac{c_2(V_0 - V_1)M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c_2 ——硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_0 ——滴定空白消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——滴定样品消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

M ——氯的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）[$M(\text{Cl})=35.5$]；

m ——对硝基苯甲酰氯样品的质量的数值，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不得大于 0.02 %。

5 检验规则

5.1 出厂检验和型式检验

本标准表 1 中规定的对硝基苯甲酰氯、对硝基苯甲酸、对氯苯甲酰氯为出厂检验项目，游离氯为型式检验项目。

在正常生产情况下，每 3 个月应进行一次型式检验。

当出现以下情况时，应及时进行型式检验：

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产后又恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
- e) 发生重大质量事故时；
- f) 合同规定；
- g) 质量监督机构依法提出要求时。

5.2 组批

以生产的同一储罐或同等质量的产品为一批。

5.3 取样

按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定取样，每批产品取样总量应不少于 200 g。将样品充分混匀后，分装于两个洁净、干燥、密封良好的玻璃试剂瓶中，贴上标签。一瓶供检验用，另一瓶保存备查。

5.4 判定

检验结果的判定按 GB/T 8170 修约值比较法进行。检验结果中若有一项指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装单元中取样复检，复检结果全部符合本标准要求时判定为合格，复检结果中仍有一项指标不符合本标准要求时则判该批产品为不合格。

6 标识、包装、运输和贮存

6.1 标识

6.1.1 工业用对硝基苯甲酰氯产品包装容器上应有牢固、清晰的标识，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 厂址；
- c) 产品名称；
- d) 生产日期或批号；
- e) 净含量；
- f) 本标准编号；
- g) GB 190 中规定的“腐蚀品”标志¹⁾和 GB/T 191 中规定的“怕雨”“怕晒”标志；
- h) 有符合 GB 15258 规定的安全标签。

6.1.2 每批出厂的工业用对硝基苯甲酰氯应附有一定格式的质量证明书，内容至少包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 生产日期和/或批号；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 本标准编号。

6.2 包装

工业用对硝基苯甲酰氯采用钢塑复合桶或集装罐箱密封包装。灌装前，应先用氮气将桶内空气置换；灌装后，充入氮气，桶口用密封圈密封，防水盖应拧紧。包装桶应防潮、防水。产品也可采用编织袋内衬塑料袋密封包装或根据客户规格要求包装，包装方式应安全、可靠。

6.3 运输

运输车辆应配备相应品种的消防器材，严禁与强氧化剂、食用化学品等混装混运。运输途中应防潮、防暴晒、防雨淋、防高温。应轻装、轻卸，以防包装破损，并应符合危险货物运输的有关规定。

6.4 贮存

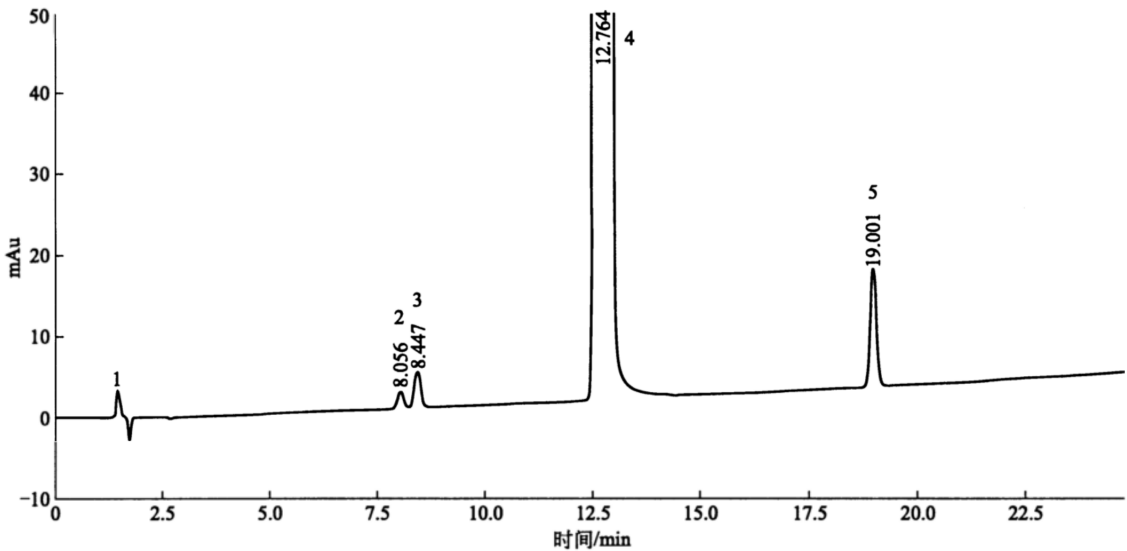
工业用对硝基苯甲酰氯应贮存在干燥、清洁、通风的库房内，避免受潮、雨淋、日晒。与强氧化剂、强还原剂、强碱等分储，远离火种、热源。储区应备有泄漏应急处理设备和合适的收容材料。

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

附 录 A
(规范性附录)
各组分含量测定的典型液相色谱图及相对保留值

A.1 各组分含量测定的典型液相色谱图

各组分含量测定的典型液相色谱图见图 A.1。



说明：
1——甲醇溶剂；
2——未知杂质；
3——对硝基苯甲酸；
4——对硝基苯甲酰氯；
5——对氯苯甲酰氯。

图 A.1 各组分含量测定的典型液相色谱图

A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	甲醇溶剂	0.11
2	未知杂质	0.63
3	对硝基苯甲酸	0.66
4	对硝基苯甲酰氯	1
5	对氯苯甲酰氯	1.49

附 录 B
(资料性附录)
安 全

对硝基苯甲酰氯系酸性腐蚀品，受热发生分解，释放出有刺激性和腐蚀性的气体，遇水或潮湿空气分解出有腐蚀性和刺激性的气体，与强氧化剂可发生化学反应。食入有害、吸入有害、皮肤接触有害，对人体眼睛和皮肤可造成严重灼伤。因此，操作时应佩戴防护用品。灭火剂为干粉、二氧化碳、砂土等。

中华人民共和国
化工行业标准
工业用三甲基一氯硅烷、
工业用对甲苯磺酰氯和
工业用对硝基苯甲酰氯
(2018)

HG/T 5393~5395—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2 $\frac{3}{4}$ 字数60.5千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2539

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：42.00元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

