

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:36858—2012

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4296—2012

---

### 对硝基苯酚

*p*-Nitrophenol

2012-05-24 发布

2012-11-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准依据 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分 标准的结构和编写》进行编制。

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:安徽八一化工股份有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:杨宝德、朴克壮。

## 对硝基苯酚

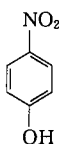
**警告**——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了对硝基苯酚的要求、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。

本标准适用于对硝基苯酚产品的质量控制。

结构式:



分子式:  $C_6H_5NO_3$

相对分子质量: 139.11(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 100-02-7

### 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 GB/T 191—2008, ISO 780 : 1997)

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(neq GB/T 603—2002, ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(mod GB/T 6682—2008, 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 危险货物名称表(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—2008 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

### 3 要求

对硝基苯酚的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 对硝基苯酚的质量要求

项 目	指 标		试验方法
	一等品	合格品	
(1) 外观	浅黄色至浅褐色结晶		6.2
(2) 对硝基苯酚的质量分数/%	≥93.00	≥90.00	6.3
(3) 游离酸(以 HCl 计)的质量分数/%	≤0.15	≤0.30	6.3
(4) 对硝基苯酚纯度(GC)/%	≥99.50	≥98.00	6.4
(5) 灰分的质量分数/%	≤1.1	≤2.0	6.5

4 安全信息

4.1 安全

依据 GB 12268—2005,对硝基苯酚为 6.1 类毒性物质,危险品编号为 UN:1663(CN:61712),遇明火、高热或与强氧化剂接触有引起燃烧的危险,受热分解放出有毒的氧化氮气体。本品经吸入、摄入或经皮肤吸收可引起中毒。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,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) 该产品的危险性信息;
- b) 安全使用方法;
- c) 运输、储存要求;
- 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。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 对硝基苯酚含量和游离酸含量的测定

6.3.1 试剂和溶液

- a) 氢氧化钠标准滴定溶液:  $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ ;
- b) 溴酚蓝指示液:称取 0.1 g 溴酚蓝溶于 100 mL 乙醇溶液(乙醇和水的体积比为 20:80);
- c) 百里香酚蓝-酚酞混合指示液:称取 0.12 g 百里香酚蓝和 0.34 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇溶液(乙醇和水的体积比为 60:40)。

### 6.3.2 测定步骤

称取 2.0 g 对硝基苯酚试样(精确至 0.000 2 g),用约 100 mL 热水(约 80 ℃)溶解,冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,加水定容。

准确移取 50.00 mL 试样溶液于 250 mL 烧杯中,再加 50 mL 水,加入 1 mL(约 20 滴)溴酚蓝指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定到溶液呈紫色为终点,记下读数  $V_1$ 。

准确移取 50.00 mL 试样溶液于 250 mL 烧杯中,再加 50 mL 水,加入 4 滴~5 滴百里香酚蓝-酚酞混合指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定到溶液变绿后出现橙色为终点,记下读数  $V_2$ 。

### 6.3.3 结果计算

游离酸含量以盐酸的质量分数  $w_1$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c(V_1/1\,000)M_1}{m \times 50/250} \times 100 \quad (1)$$

式中:

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ ——滴定游离酸消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$M_1$ ——盐酸的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol), $[M_1(\text{HCl})=36.45]$ ;

$m$ ——试样的质量数值,单位为克(g)。

结果表示到小数点后两位。

对硝基苯酚含量以质量分数  $w_2$  计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c[(V_2-V_1)/1\,000]M_2}{m \times 50/250} \times 100 \quad (2)$$

式中:

$c$ ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_2$ ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的总体的数值,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——滴定游离酸消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$M_2$ ——对硝基苯酚的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol), $[M_2(\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_3)=139.11]$ ;

$m$ ——试样的质量数值,单位为克(g)。

结果表示到小数点后两位。

### 6.3.4 允许差

游离酸含量平行测定结果的差值不大于 0.03 %(质量分数),对硝基苯酚含量平行测定结果的差值不大于 0.5 %(质量分数),取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

## 6.4 对硝基苯酚纯度的测定

### 6.4.1 测定原理

将对硝基苯酚用有机溶剂溶解后,采用毛细管柱气相色谱法分离对硝基苯酚及有机杂质,用峰面积归一化法计算对硝基苯酚的纯度。

### 6.4.2 仪器设备

- 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;
- 检测器:氢火焰离子化检测器(FID);
- 色谱柱:内径 0.32 mm,长 30 m,膜厚 0.25  $\mu\text{m}$  毛细管柱;
- 固定相:(50%苯基)-甲基聚硅氧烷,如 DB-17 或能达到同等分离效果的其他毛细管柱;
- 微量注射器:10  $\mu\text{L}$ ;
- 色谱工作站或积分仪。

### 6.4.3 试剂

甲醇。

6.4.4 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
检测器温度/℃		300
汽化室温度/℃		300
载气(氮气)压力/kPa		70
燃烧气(氢气)流速/(mL/min)		30
助燃气(空气)流速/(mL/min)		400
补偿气(氮气)流速/(mL/min)		20
分流比		20 : 1
进样量/μL		1.0
程序升温	初始柱温/℃	120
	保持时间/min	2
	升温速度/(℃/ min)	25
	中间温度/℃	200
	保持时间/min	8
	升温速度/(℃/ min)	30
	终止温度/℃	260
	保持时间/min	5

6.4.5 测定步骤

称取 0.6 g(精确至 0.01 g)对硝基苯酚试样,于 10 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,在超声波发生器中振荡,混合均匀。

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器吸取上述样品溶液 1.0 μL 进样,待出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

在保证分离度、灵敏度和线性响应的前提下,进样量可以作适当调整。

6.4.6 结果计算

对硝基苯酚纯度及有机杂质含量以  $w_i$  计,数值用%表示,按式(3)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$A_i$ ——对硝基苯酚及各有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——对硝基苯酚及各有机杂质的峰面积数值之和。

计算结果表示到小数点后两位。

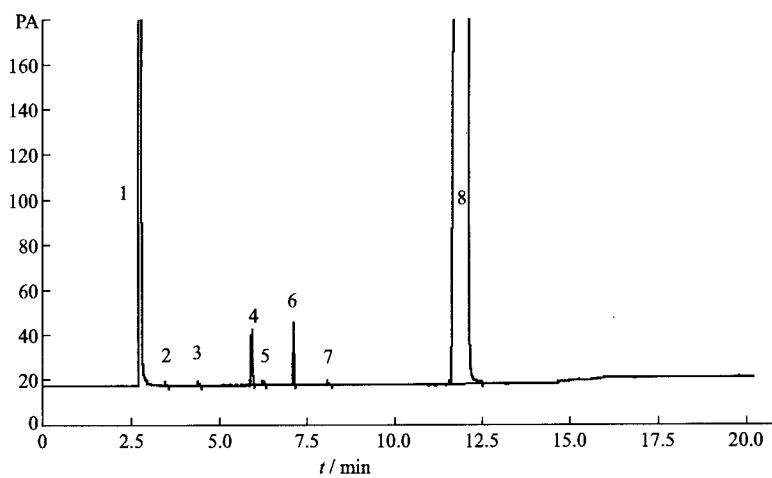
6.4.7 允许差

对硝基苯酚纯度平行测定结果的差值应不大于 0.1 %,取其算术平均值作为测定结果。

可根据仪器设备的不同,选择最佳操作条件。

6.4.8 色谱图

色谱图见图 1。



- |           |           |
|-----------|-----------|
| 1——溶剂；    | 5——未知物；   |
| 2——氯苯；    | 6——对硝基氯苯； |
| 3——未知物；   | 7——未知物；   |
| 4——间硝基氯苯； | 8——对硝基苯酚。 |

图 1 对硝基苯酚气相色谱示意图

6.5 灰分的测定

按 GB/T 21876—2008 的规定进行测定,灼烧温度为 700 °C ± 25 °C。

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。其中表 1 中除灰分外,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

对硝基苯酚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硝基苯酚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、贮存

8.1 标志

对硝基苯酚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(如适用);
- e) 净含量;
- f) 警示标志(有毒品)。

## 8.2 标签

产品应有标签,标签的编写应符合 GB 15258 的规定。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。

## 8.3 包装

对硝基苯酚以内衬塑料袋的纸板桶或编织袋包装,每桶/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。产品包装应符合 GB 12463 及危险化学品包装的相关规定。

## 8.4 运输

对硝基苯酚产品应严格按照国家关于有毒货物的要求来运输,搬运时须戴劳动保护用具,应轻取轻放,不可撞击,避免发生泄漏和中毒等事故。

## 8.5 贮存

对硝基苯酚是毒性物质,可燃烧,应按 GB 15603 及相关规定密闭贮存于阴凉干燥并具有良好的通风的库房内,切勿日晒和雨淋,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  
对硝基苯酚

HG/T 4296—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 $\frac{1}{2}$  字数13千字

2012年10月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1260

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:10.00元

版权所有 违者必究