

ICS 71. 100. 01; 87. 060. 10

G 56

备案号: 38625—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4406—2012

2,4-二氯氟苯

2,4-Dichloro fluorobenzene

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：江苏启和化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：邢庆年、李春梅、李显龙、黄建军。

2,4-二氯氟苯

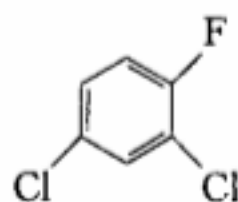
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 2,4-二氯氟苯产品的要求、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 2,4-二氯氟苯的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_6H_3Cl_2F$

相对分子质量: 164.99 (按 2009 年国际相对原子质量)

CAS RN: 1435-48-9

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/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则

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

3 要求

2,4-二氯氟苯的质量要求应符合表 1 的规定。

4 采样

以批为单位采样,生产厂以均匀的产品为一批。每批采样数量应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定。采样管应符合 GB/T 6680—2003 中 6.2 的规定。所采样产品的包装必须完好,采样时勿使外界杂质落入产品中。所采样品总量不得少于 500 mL。将采取样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、避光及密封良好的容器中,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,另一个保存备查。

表 1 2,4-二氯氟苯的质量要求

项 目	指 标		试验方法
	优等品	合格品	
(1) 外观	无色或淡黄色液体		5.2
(2) 2,4-二氯氟苯的纯度(GC)/%	≥ 99.50	99.20	5.3
(3) 低沸物含量(GC)/%	≤ 0.05	0.10	5.3
(4) 二氯氟苯异构体含量(GC)/%	≤ 0.20	0.30	5.3
(5) 1,2,4-三氯苯含量(GC)/%	≤ 0.10	0.20	5.3
(6) 高沸物含量(GC)/%	≤ 0.10	0.20	5.3

5 试验方法

5.1 一般规定

除非另有规定,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。

5.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

5.3 2,4-二氯氟苯纯度及有机杂质含量的测定

5.3.1 方法提要

采用毛细管柱气相色谱法,分离 2,4-二氯氟苯及其有机杂质,经氢火焰离子化检测器检测,采用峰面积归一化法定量。

5.3.2 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 0.25 mm,长 30 m,膜厚 0.25 μm,毛细管柱;
- d) 固定相:14 %氰苯基+86 %甲基聚硅氧烷(如 DB-1701 或能达到同等分离效果的其他毛细管柱);
- e) 微量进样器:10 μL;
- f) 色谱工作站或积分仪;
- g) 移液管:2.0 mL。

5.3.3 试剂

二氯甲烷。

5.3.4 色谱条件

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/℃		250
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
补偿气流量/(mL/min)		30
分流比		50 : 1
升温程序	初始柱温/℃	80
	保持时间/min	5
	升温速度/(℃/min)	20
	终止温度/℃	250
	终温保持/min	10
进样量/μL		1.0
定量方法		面积归一法
注:可根据仪器不同,选择最佳操作条件。		

5.3.5 测定步骤

用移液管吸取 1.5 mL 试样,置于 10 mL 容量瓶中,用二氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀,此为试样溶液。

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。

5.3.6 结果计算

2,4-二氯氟苯纯度及有机杂质的含量以 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 ——2,4-二氯氟苯及各有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——2,4-二氯氟苯及各有机杂质的峰面积数值之和。

计算结果保留到小数点后两位。

注:低沸物为 2,4-二氯氟苯峰前除二氯氟苯异构体以外所有流出组分,高沸物为 2,4-二氯氟苯峰之后除 1,2,4-三氯苯以外所有流出组分。

5.3.7 允许差

2,4-二氯氟苯纯度平行测定结果之差应不大于 0.10 %,各有机杂质平行测定结果之差应不大于 0.02 %,取其算术平均值作为测定结果。

5.3.8 色谱图

色谱示意图见图 1。

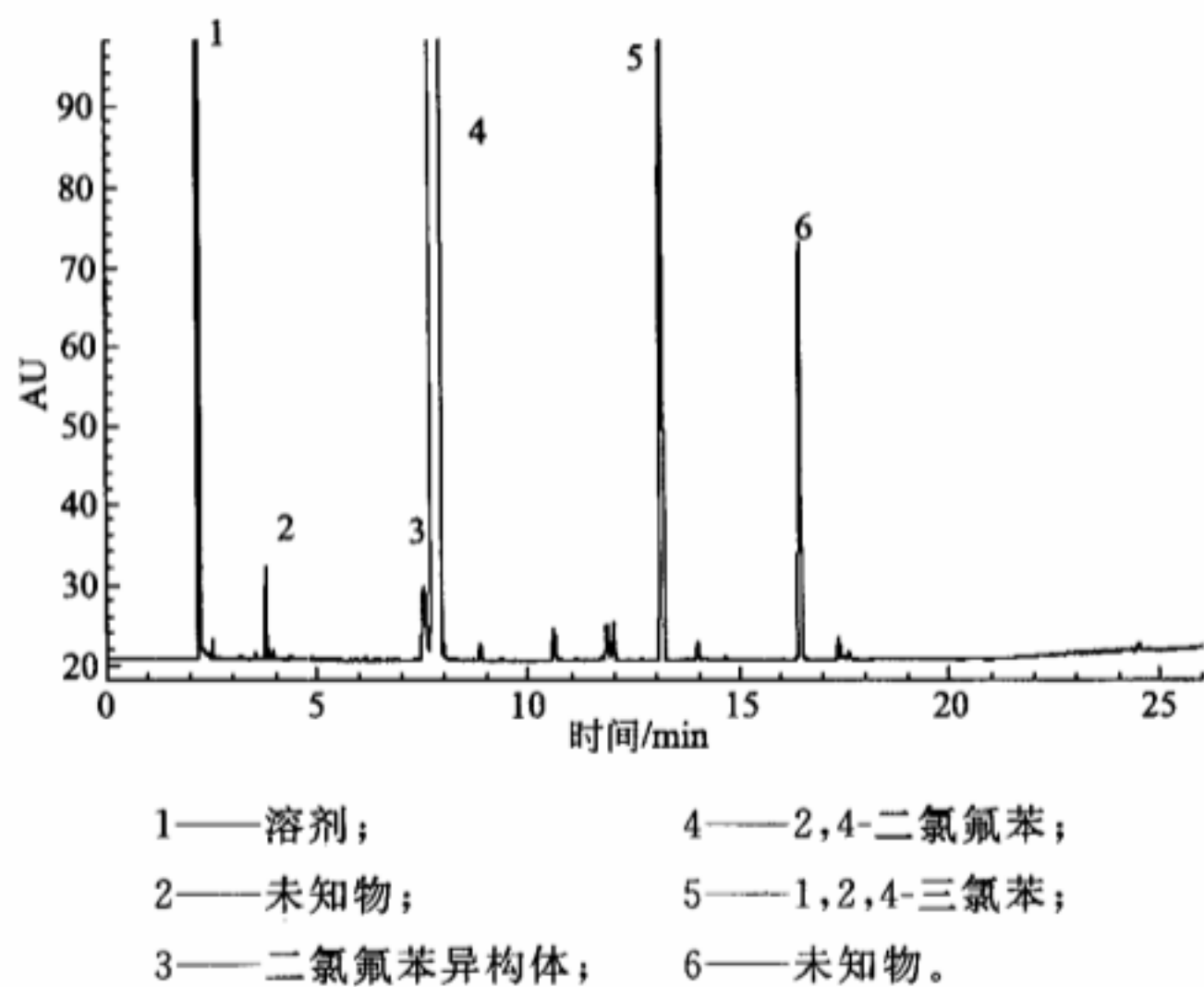


图 1 2,4-二氯氟苯色谱示意图

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准 3 的表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

2,4-二氯氟苯应经生产厂质量检验部门检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的 2,4-二氯氟苯都符合本标准的要求。

6.3 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。

6.4 标志、标签、包装、运输、贮存

6.4.1 标志

2,4-二氯氟苯的每个包装容器上都应按有关规定涂印耐久、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。

6.4.2 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。

6.4.3 包装

2,4-二氯氟苯用塑料桶或铁桶包装,每桶净含量 250 kg±2.5 kg。

6.4.4 运输

运输时应轻取轻放,防止日晒、碰撞、雨淋和包装破损。

6.4.5 贮存

贮存时应远离火源,放置阴凉、干燥处。

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

2,4-二氯氟苯

HG/T 4406—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9千字

2013年4月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1436

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