

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:40346—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4489—2013

对二氯苯

p-Dichlorobenzene

2013-04-25 发布

2013-09-01 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：江苏隆昌化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司、江苏扬农化工集团有限公司、江苏瑞祥化工有限公司。

本标准主要起草人：王兆昌、阎龙、刘平、裴建伟、余道才、顾正桂、吴春江。

对二氯苯

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

本标准规定了对二氯苯的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于对二氯苯的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_6H_4Cl_2$

相对分子质量: 147.00(按 2009 年国际相对原子质量)

CAS RN: 106-46-7

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 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 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

对二氯苯的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 对二氯苯的质量要求

项 目	指 标			试验方法
	优等品	一等品	合格品	
(1)外观	白色结晶			5.2
(2)对二氯苯纯度(GC)/%	≥ 99.90	99.80	99.50	5.3
(3)低沸物含量(GC)/%	≤ 0.01	0.05	0.10	5.3
(4)间二氯苯含量(GC)/%	≤ 0.03	0.05	0.10	5.3
(5)邻二氯苯含量(GC)/%	≤ 0.05	0.10	0.30	5.3
(6)水分的质量分数/%	≤ 0.04	0.10	0.10	5.4

4 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。

5 试验方法

5.1 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 对二氯苯纯度及有机杂质含量的测定

5.3.1 方法提要

采用气相色谱法,在毛细管气相色谱柱上,分离对二氯苯及其有机杂质,经氢火焰离子化检测器(FID)检测,采用峰面积归一化法测定对二氯苯纯度及有机杂质的含量。

5.3.2 仪器设备

a) 气相色谱仪:仪器灵敏度应符合 GB/T 9722—2006 中 6.3 的规定,稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中 6.4.2 的规定;

b) 检测器:氢火焰离子化检测器(FID);

c) 色谱柱:长 30 m、内径 0.32 mm、膜厚 0.25 μm ;

d) 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);

e) 微量注射器;

f) 色谱工作站或积分仪。

5.3.3 试剂

a) 三氯甲烷;

b) 间二氯苯标准品;

c) 邻二氯苯标准品。

5.3.4 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		30 : 1
程序升温	初始柱温/℃	120
	保持时间/min	4
	升温速度/(℃/min)	20
	终止温度/℃	260
	终温保持时间/min	2
进样量/ μL		1.0
注:可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件。		

5.3.5 测定步骤

称取对二氯苯试样 0.5 g(精确至 0.01 g)于 10 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。

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(杂质的定性通过各杂质标准品的保留时间获得)。

5.3.6 结果计算

对二氯苯纯度及有机杂质含量以 w_i 计,数值用 % 表示,按式(1)计算:

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

式中:

A_i 对二氯苯及各有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ 对二氯苯及各有机杂质的峰面积数值的总和。

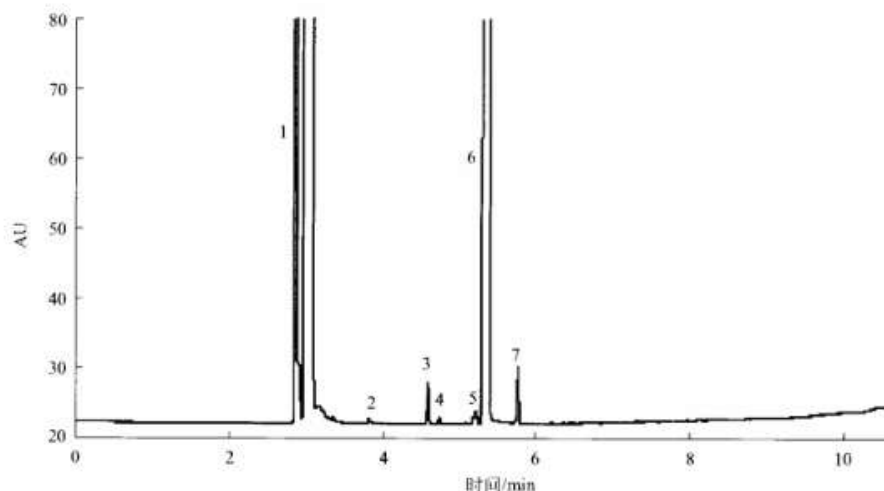
计算结果表示到小数点后两位。

注:低沸物为对二氯苯之前除溶剂峰、间二氯苯外所有流出组分。

5.3.7 允许差

对二氯苯纯度平行测定结果之差应不大于 0.10 %,各有机杂质含量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



- 1 溶剂；
- 2 氯苯；
- 3 低沸物；
- 4 低沸物；
- 5 间二氯苯；
- 6 对二氯苯；
- 7 邻二氯苯。

图 1 对二氯苯气相色谱示意图

5.4 水分的测定

按 GB/T 2386—2006 中 3.4 的规定进行测定。

对二氯苯的称样量为 2 g。

平行测定结果之差应不大于 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。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的所有项目均为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

对二氯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对二氯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。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志

对二氯苯的每个包装上都应涂上牢固、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)；

c) 净含量。

7.2 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。

7.3 包装

对二氯苯用内衬塑料袋的编织袋包装。每袋净含量 $50\text{ kg}\pm 0.5\text{ kg}$ 或 $25\text{ kg}\pm 0.25\text{ kg}$,其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

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。

7.5 贮存

对二氯苯应密闭贮存于阴凉干燥并具有良好通风的库房内,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

对二氯苯

HG/T 4489—2013

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12.8千字

2013年8月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1563

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