

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:30201—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2586—2010

代替 HG/T 2586—1994

对硝基酚钠

p-Nitrophenol sodium salt

2010-11-22 发布

2011-03-01 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。

本标准代替 HG/T 2586—1994《对硝基酚钠》。

本标准与 HG/T 2586—1994 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 CAS RN(见 1)；
- 增加了液相色谱法测定对硝基酚钠纯度(以对硝基苯酚计)的指标及方法(见 3.6.4)；
- 取消了制成的对硝基酚干品初熔点的指标及测定方法(1994 年版的 3.4.4)；
- 增加了“安全技术说明书”的规定(见 4.2)；
- 改变了盐酸标准滴定溶液的浓度(见 6.3.1,1994 年版的 4.2.1)；
- 调整了样品的称样量(见 6.3.2,1994 年版的 4.2.2)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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、王道慧。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 2586—1994。

对硝基酚钠

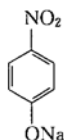
警告——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了对硝基酚钠的要求、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酚钠产品的质量控制。

结构式:



分子式: $\text{C}_6\text{H}_4\text{NNaO}_3$

相对分子质量: 161.09 (按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 824-78-2

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2008, mod 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(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1 : 1982)

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 12268 危险货物物品名表(联合国危险货物运输, NEQ)

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 16483 化学品安全技术说明书 内容和项目顺序

3 要求

对硝基酚钠的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 对硝基酚钠的质量要求

项 目	指 标	
	一等品	合格品
(1) 外观	黄色至橘黄色结晶(潮品)	
(2) 对硝基酚钠的质量分数/%	≥ 65.00	60.00
(3) 游离碱的质量分数/%	≤ 0.70	1.00
(4) 对硝基酚钠纯度(以对硝基苯酚计)(HPLC)/%	≥ 99.50	99.00
(5) 水不溶物的质量分数/%	≤ 0.10	0.50

4 安全信息

4.1 安全

根据 GB 12268《危险货物品名表》，对硝基酚钠属于有毒品及易燃固体，皮肤接触或吸入体内可引起中毒。对硝基酚钠干燥状态时，可能引起燃烧或爆炸，在贮存时，应避免水分蒸发，不可与强氧化剂(如浓酸、浓碱等)及易燃易爆品放在一起。生产、搬运和使用时必须穿戴劳动保护用品，严格注意安全。

4.2 安全技术说明书

按 GB 16483 规定编写，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、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，生产厂以一次拼混均匀的产品为一批。采样时应自每批成品中最少选出 40 % 包装袋取样，小批时 100 % 采样。所采产品的包装必须完好，使用探管采取包括上、中、下三部分的样品，所采样品总量不得少于 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，另一个保存备查。

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 对硝基酚钠含量和游离碱含量的测定

6.3.1 试剂和溶液

- a) 盐酸标准滴定溶液： $[c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}]$ ；
- b) 甲基橙指示液：1 g/L 溶液；
- c) 酚酞指示液：10 g/L 乙醇溶液。

6.3.2 测定步骤

称取 3.0 g 试样(精确至 0.000 2 g)于 250 mL 烧杯中，加 50 mL 沸水溶解后，冷却至室温，再加

100 mL水,加2滴~3滴酚酞指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至橘黄色为止,记下读数 V_1 。再加1滴~2滴甲基橙指示液,继续用盐酸标准滴定溶液滴定至微红色时为终点,记下读数 V_2 。

6.3.3 结果计算

游离碱含量以质量分数 w_1 计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c(V_1/1\,000)M}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定游离碱消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——氢氧化钠的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{NaOH})=40.00$];

m ——试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

对硝基酚钠的含量以质量分数 w_2 计,数值用%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c[(V_2 - V_1)/1\,000]M_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定游离碱消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——消耗盐酸标准滴定溶液的总体的数值,单位为毫升(mL);

M_1 ——对硝基酚钠的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol), [$M(\text{C}_6\text{H}_4\text{NNaO}_3)=161.09$];

m ——试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

6.3.4 允许差

游离碱含量平行测定结果的差值不大于0.10%(质量分数),对硝基酚钠含量平行测定结果的差值不大于0.30%(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 对硝基酚钠纯度(以对硝基苯酚计)的测定

6.4.1 测定原理

将对硝基酚钠溶解后,用盐酸溶液酸化制成对硝基苯酚。采用高效液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

- 液相色谱仪:输液泵——流量范围0.1 mL/min~5.0 mL/min,在此范围内其流量稳定性为 $\pm 1\%$;检测器——多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器;
- 色谱柱:长为150 mm、内径为6.0 mm的不锈钢柱,固定相为 $\text{C}_{18}5\ \mu\text{m}$;
- 色谱工作站或积分仪;
- 平头微量注射器:25 μL ;
- 超声波发生器。

6.4.3 试剂和溶液

- 甲醇:色谱纯;
- 盐酸溶液:0.5 mol/L;
- 水:经0.45 μm 滤膜过滤。

6.4.4 色谱分析条件

- 流动相:甲醇与水的体积比=60:40;
- 波长:254 nm;

c) 流量:1.0 mL/min;

d) 进样量:5 μ L。

可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件,流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。

6.4.5 试样溶液的制备

称取 0.1 g(精确至 0.001 g)试样于 50 mL 容量瓶中,用 30 mL 甲醇溶解,用盐酸溶液滴定至无色,再多加 2 滴盐酸溶液,使试样溶液的 pH=3~4,再加水定容至刻度,混匀备用。

6.4.6 测定步骤

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试样溶液 5 μ L 注入进样阀,待最后一个组分流出完毕(见色谱图 1),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。

6.4.7 结果计算

对硝基酚钠纯度(以对硝基苯酚计)及有机杂质的含量以 w_i 计,数值用%表示,按式(3)计算:

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

式中:

A_i ——组分 i 的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积数值之和。

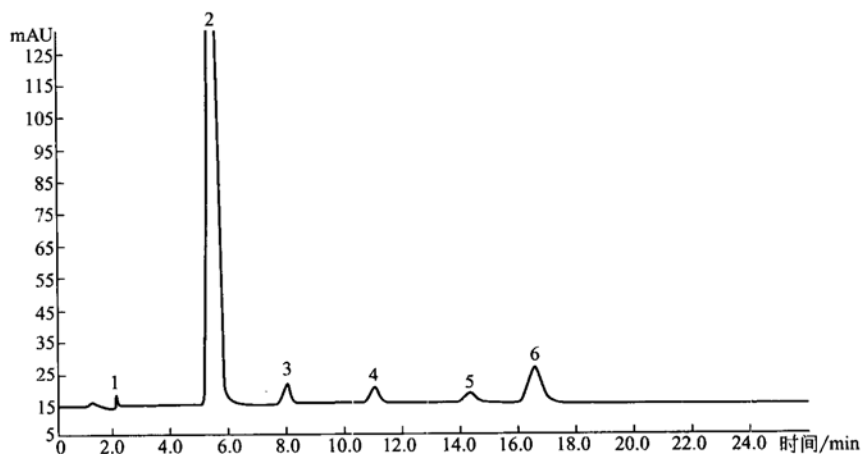
计算结果表示到小数点后两位。

6.4.8 允许差

对硝基酚钠纯度(以对硝基苯酚计)两次平行测定结果之差应不大于 0.30 %,取其算术平均值作为测定结果。

6.4.9 色谱图

见色谱图 1。



- 1——溶剂;
- 2——对硝基苯酚;
- 3——邻硝基苯酚;
- 4——邻硝基氯苯;
- 5——对硝基氯苯;
- 6——间硝基氯苯。

图 1 对硝基苯酚液相色谱示意图

6.5 水不溶物含量的测定

6.5.1 设备和材料

G₃ 玻璃坩埚式过滤器。

6.5.2 测定步骤

称取 10 g 试样(精确至 0.1 g)于 250 mL 烧杯中,加入 150 mL 水(约 80 ℃)溶解,用已恒重过的 G₃ 玻璃坩埚式过滤器过滤,并用热水洗涤至过滤器上无黄色痕迹为止,在 105 ℃ 烘箱中烘至恒重。

6.5.3 结果计算

水不溶物的含量以质量分数 w_3 计,数值用 % 表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——试样的质量数值,单位为克(g);

m_2 ——G₃ 玻璃坩埚式过滤器及水不溶物的质量数值,单位为克(g);

m_3 ——G₃ 玻璃坩埚式过滤器的质量数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

6.5.4 允许差

平行测定结果的差值不大于 0.04 % (质量分数),取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

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出厂检验项目。

7.2 出厂检验

对硝基酚钠应由生产厂的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对硝基酚钠都符合本标准的要求。

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,则整批产品不能验收。

8 标志、标签、包装、运输、贮存

8.1 标志、标签

8.1.1 标志

对硝基酚钠的每个包装上都应按 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;
- e) 净含量;
- f) 产品质量检验合格证明;
- g) 警示标志(有毒品)。

8.1.2 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。

8.2 包装

对硝基酚钠用聚乙烯的编织袋内衬聚乙烯塑料袋包装。每袋净含量 $50\text{ kg} \pm 0.2\text{ kg}$ 。产品包装应符合 GB 12463 及危险化学品包装的相关规定。

8.3 运输

对硝基酚钠产品在运输过程中应轻取轻放,防止曝晒和雨淋,运输工具应清洁、干燥。

8.4 贮存

对硝基酚钠在干燥状态时可能引起燃烧和爆炸,在贮存时应避免水分蒸发,不可与强氧化剂(如浓酸、浓碱等)及易燃易爆物品放在一起。产品应按 GB 15603 的相关规定贮存于阴凉、干燥处,防止日晒、雨淋、受热。

中华人民共和国
化工行业标准
对硝基酚钠

HG/T 2586—2010

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数13千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0930

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