

HG/T 2553—2010

www.docin.com

中华人民共和国  
化工行业标准

**2,4-二硝基氯苯**

HG/T 2553—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 18 千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0942

购书咨询:010-64518888

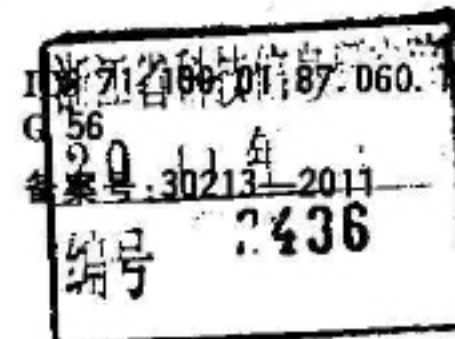
售后服务:010-64518899

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



# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2553—2010

代替 HG/T 2553—2003

### 2,4-二硝基氯苯

2,4-Dinitrochlorobenzene

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。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准代替 HG/T 2553—2003《2,4-二硝基氯苯》。

本标准与 HG/T 2553—2003 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了 CAS RN(见 1)；
- 规范分子式写法(见 1, 2003 年版的 1)；
- 增加了安全信息(见 4)；
- 色谱柱由填充柱修改为毛细管柱(见 6.4, 2003 年版的 5.3)。

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：连云港地浦化工有限公司、安徽八一化工股份有限公司、天津市染分化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：谢贤骅、季浩、杨宝德、赵宪法、邓宏波。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG 2-326—1966；
- HG 2-326—1975；
- HG/T 2553—1993；
- HG/T 2553—2003。

## 2,4-二硝基氯苯

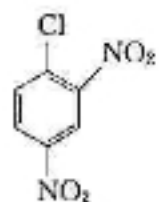
**警告**——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了 2,4-二硝基氯苯的要求、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 2,4-二硝基氯苯产品的质量控制。

结构式:



分子式:  $C_6H_3ClN_2O_4$

相对分子质量: 202.55(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 97-00-7

### 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 2385—2007 染料中间体 结晶点的测定通用方法

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 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/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

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 通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

### 3 要求

2,4-二硝基氯苯的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 2,4-二硝基氯苯的质量要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
(1)外观	浅黄色至浅棕色熔铸体		
(2)干品结晶点/℃	≥ 48.5	47.5	47.0
(3)2,4-二硝基氯苯的质量分数/%	≥ 99.00	96.00	93.00
(4)低沸物的质量分数/%	≤ 0.20	1.00	1.00
(5)二硝基氯苯异构体的质量分数/%	≤ 1.00	3.00	6.00
(6)高沸物的质量分数/%	≤ 0.05	0.10	0.10
(7)水分的质量分数/%	≤ 0.50		

4 安全信息

4.1 安全要求

根据 GB 12268《危险货物品名表》，2,4-二硝基氯苯危险品编号 (UN: 1577, CN: 61681)，属于有毒物质，具有中等毒性，使用及搬运时应严格注意安全。

4.2 安全技术说明书

按 GB/T 16483 《化学品安全技术说明书 内容和项目顺序》，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) 提供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。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定。所采产品的包装必须完好，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，也可在出料口放料 1 桶~2 桶后取样。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。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 干品结晶点的测定

按 GB/T 2385—2007 规定的方法进行测定。干燥剂 4 Å 或 5 Å 分子筛。

6.4 2,4-二硝基氯苯纯度及有机杂质含量的测定

6.4.1 方法原理

采用气相色谱法，氢火焰离子化检测器检测，用校正峰面积归一化法计算 2,4-二硝基氯苯纯度及有机杂质的含量。

6.4.2 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) 色谱工作站或积分仪；
- d) 微量注射器：10.0 μL；
- e) 色谱柱：长 30 m，内径 0.32 mm，膜厚 0.25 μm，固定相为硝基对苯二酸改性的聚乙二醇 (FFAP)，如 DB-FFAP 等。

6.4.3 试剂和溶液

- a) 三氯甲烷；
- b) 间二硝基苯；
- c) 2,4-二硝基氯苯标准品：在本试验条件下无杂质检出；
- d) 2,6-二硝基氯苯标准品：在本试验条件下无杂质检出。

6.4.4 色谱分析条件

- a) 柱温：180℃；
- b) 汽化室温度：300℃；
- c) 检测室温度：300℃；
- d) 载气 (氮气或氢气) 压力：70 kPa；
- e) 燃烧气 (氢气) 流量：30 mL/min；
- f) 助燃气 (空气) 流量：300 mL/min；
- g) 尾吹气 (氮气) 流量：27 mL/min；
- h) 分流比：30 : 1；
- i) 进样量：1.0 μL；
- j) 定量方法：校正峰面积归一化法。

可以根据仪器的不同选择合适的色谱操作条件。

6.4.5 溶液的制备

6.4.5.1 单一标准溶液的配制

按表 2 要求称取各种试剂 (精确至 0.000 2 g，2,4-二硝基氯苯精确至 0.001 g)，用三氯甲烷溶解稀释。单一校准混合溶液使用期两个月。

表 2 单一校准溶液

溶液名称	试剂	质量/g	三氯甲烷稀释后体积/mL
A 液	间二硝基苯	0.250 0	50.0
B 液	2,4-二硝基氯苯	5.000 0	50.0
C 液	2,6-二硝基氯苯	0.250 0	25.0

6.4.5.2 校准混合溶液的配制

按表 3 要求分别用移液管移取上述单一校准溶液于清洁干燥的 10 mL 容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度。校准混合溶液使用期为一个月。



表 3 校准混合溶液

单位为毫升

单一校准溶液名称	校准混合溶液编号					
	1	2	3	4	5	6
A 液(间二硝基苯)	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60
B 液(2,4-二硝基氯苯)	4.95	4.90	4.85	4.80	4.70	4.60
C 液(2,6-二硝基氯苯)	0.25	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00
三氯甲烷稀释后体积	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0

## 6.4.6 校正因子的测定

启动色谱仪,待仪器各项操作条件稳定后,分别吸取 1  $\mu$ L 校准混合溶液进样,在出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

各组分校正因子按式(1)计算:

$$f_i = \frac{m_i A}{m A_i} \quad (1)$$

式中:

$f_i$ ——组分  $i$  的校正因子;

$m_i$ ——组分  $i$  的质量数值,单位为毫克(mg);

$A_i$ ——组分  $i$  的峰面积数值;

$m$ ——2,4-二硝基氯苯的质量数值,单位为毫克(mg);

$A$ ——2,4-二硝基氯苯的峰面积数值。

## 6.4.7 测定步骤

称取 0.5 g(精确至 0.01 g)2,4-二硝基氯苯试样于 10 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,摇匀。启动仪器,待仪器各项操作条件稳定后,吸取 1  $\mu$ L 试样溶液进样,在出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

## 6.4.8 结果计算

2,4-二硝基氯苯纯度及有机杂质含量以质量分数  $w_i$  计,数值用 % 表示,按式(2)计算:

$$w_i = \frac{f_i A_i}{\sum (f_i A_i)} \times (100 - w) \quad (2)$$

式中:

$f_i$ ——组分  $i$  的校正因子;

$A_i$ ——组分  $i$  的峰面积数值;

$w$ ——2,4-二硝基氯苯水分的质量分数,以 % 表示。

计算结果表示到小数点后两位。

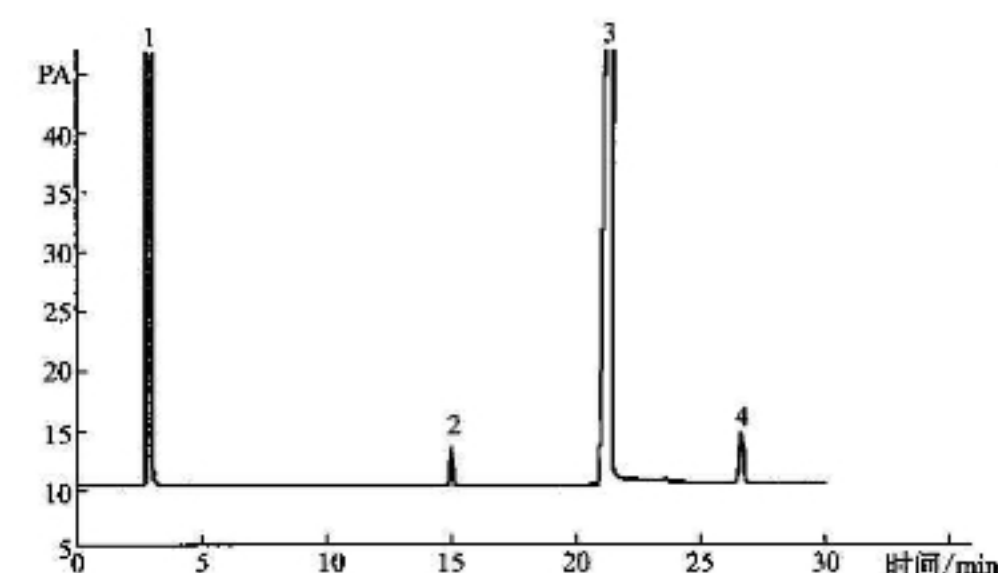
注:溶剂峰后至 2,4-二硝基氯苯峰之前的组分为低沸物,校正因子以间二硝基苯的校正因子计;2,4-二硝基氯苯至 2,6-二硝基氯苯之间(包括 2,6-二硝基氯苯)为二硝基氯苯异构体,校正因子以 2,6-二硝基氯苯的校正因子计;2,6-二硝基氯苯峰后组分为高沸物,校正因子以 2,6-二硝基氯苯的校正因子计。

## 6.4.9 允许差

2,4-二硝基氯苯两次平行测定结果的差值不大于 0.20 % (质量分数),其他有机杂质两次平行测定结果的差值不大于 0.05 % (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

## 6.4.10 色谱图

见图 1。



- 1——溶剂;  
2——间二硝基苯;  
3——2,4-二硝基氯苯;  
4——2,6-二硝基氯苯。

图 1 2,4-二硝基氯苯气相色谱示意图

## 6.5 水分含量的测定

按照 GB/T 2386—2006 中 3.4 卡尔·费休及卡尔·费休改良法的规定进行测定。

试样量为 2.0 g(精确至 0.1 g),试样用三氯甲烷和甲醇按体积比(3+1)配制的混合溶剂溶解。

两次平行测定结果之差不大于 0.05 % (质量分数),取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 中规定 1~6 项为出厂检验项目,7 为型式检验项目,正常生产的情况下每月进行一次检验。有下列情况之一者要随时进行型式检验。

- 新产品最初定型时;
- 产品异地生产时;
- 生产配方、工艺及原材料有较大改变时;
- 停产三个月后又恢复生产时;
- 客户提出要求时。

## 7.2 出厂检验

2,4-二硝基氯苯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 2,4-二硝基氯苯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

2,4-二硝基氯苯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;
- 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

2,4-二硝基氯苯用清洁干燥的铁桶包装。每桶净含量 300 kg $\pm$ 2 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。

### 8.3 运输

运输过程中应轻取、轻放,防止日晒、雨淋。接触或搬运时应使用防护用品,防止直接接触皮肤或吸人体内。

### 8.4 贮存

应按 GB 15603 的相关规定进行贮存,贮存时应远离火源,放置阴凉、干燥处。

## 附录 A

(资料性附录)

### 2,6-二硝基氯苯标样的制备

#### A.1 4-氯-3,5-二硝基苯磺酸钾的制备

将 2 000 mL 的三口烧瓶固定,装上电动搅拌器、500 mL 滴液漏斗、直形冷凝管和 200 ℃ 的长杆温度计(需配全合适的连接头),按表 A.1 步骤投料反应。

表 A.1

序号	投入试剂	加入方式	温度	搅拌与否	反应时间
1	10 %发烟硫酸 325 mL	倒入	45 ℃以下	—	—
2	氯化苯 51 mL	滴加	50 ℃以下	搅拌	滴加完后反应 0.5 h
3	硝酸钾 150 g	分三次加	110 ℃以下	搅拌	加完后于 110 ℃保温 1 h
4	20 %发烟硫酸 135 mL	滴加	115 ℃以下	搅拌	加完后于 115 ℃保温 0.5 h

反应液冷却后倒入 1 000 mL 0 ℃ 的水中,抽滤。用 250 mL 冰水洗涤两次,200 mL 热苯萃取三次,趁热抽滤即得产物 4-氯-3,5-二硝基苯磺酸钾。

#### A.2 4-氨基-3,5-二硝基苯磺酸钾的制备

将产物 4-氯-3,5-二硝基苯磺酸钾和 20 mL 水加入到 2 000 mL 三口烧瓶中,在搅拌下分几次加入 150 mL 浓氨水,加热到反应液沸腾,回流 0.5 h。冷却反应液,抽滤,用水重结晶三次,即得产物 4-氨基-3,5-二硝基苯磺酸钾。

#### A.3 2,6-二硝基苯胺的制备

将 4-氨基-3,5-二硝基苯磺酸钾产物和 560 mL 60 % 的发烟硫酸一起装入 1 000 mL 的单口烧瓶中,装上直形冷凝管,回流 3 h。冷却,用 150 mL 水洗下冷凝管和烧瓶壁上的产物,抽滤。用水重结晶三次,得到纯净的 2,6-二硝基苯胺产物。

#### A.4 2,6-二硝基氯苯的制备

将 2,6-二硝基苯胺产物溶解在 400 mL 热冰醋酸中,得到溶液甲。

将 45 g 氯化亚铜溶解在 400 mL 浓盐酸中,得到溶液乙。将 15 g 亚硝酸钠装入 2 000 mL 三口烧瓶,装上搅拌器、回流冷凝管,按表 A.2 步骤投入反应。

表 A.2

序号	投入物料	加入方式	温度	搅拌与否	反应时间
1	浓硫酸 160 mL	倒入	0 ℃	—	—
2	溶液甲	滴加	40 ℃以下	搅拌	滴加完后反应 0.5 h
3	溶液乙	滴加	50 ℃以下	搅拌	至沸腾停止

用两倍体积的水稀释反应液,冷却,抽滤。用 500 mL 水洗涤,分别加入 60 mL 冰醋酸和 70 mL 苯重结晶,得到 2,6-二硝基氯苯。

#### A.5 测试方法

按本标准规定的气相色谱法分析。

www.docin.com

1  
2

2,6-二硝基氯苯