

HG/T 3397—2010

www.docin.com

中华人民共和国
化工行业标准
邻硝基对甲苯胺

HG/T 3397—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 1/2 字数 13千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·0934

购书咨询：010-64518888

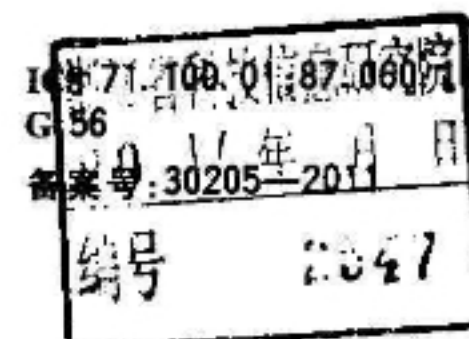
售后服务：010-64518899

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



HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3397—2010

代替 HG/T 3397--2001

邻硝基对甲苯胺

o-Nitro-*p*-toluidine

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 3397—2001《邻硝基对甲苯胺》。

本标准与 HG/T 3397—2001 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 规范分子式写法(见 1, 2001 年版的 1)；
- 增加了 CAS RN(见 1)；
- 增加了气相色谱法测定邻硝基对甲苯胺纯度的指标及检验方法(见 3、6.4)；
- 增加了“安全、安全技术说明书”的规定(见 4)；
- 对采样进行了规范(见 5, 2001 年版的 4)。

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：沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：杨杰民。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG 2-376—1966；
- HG 2-376—1980；
- HG/T 3397—1980；
- HG/T 3397—2001。

邻硝基对甲苯胺

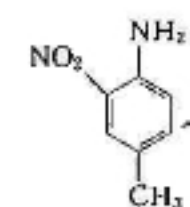
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了邻硝基对甲苯胺的要求、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。

本标准适用于邻硝基对甲苯胺的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_7H_8N_2O_2$

相对分子质量: 152.15 (按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 89-62-3

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 2381—2006 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

GB/T 2384—2007 染料中间体 熔点范围测定通用方法

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 危险货物名称表(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 16483 化学品安全技术说明书 内容和项目顺序

3 要求

邻硝基对甲苯胺质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 邻硝基对甲苯胺的质量要求

项 目	指 标	
	干品	潮品
(1)外观	橘红色粉末	橘红色潮料
(2)邻硝基对甲苯胺的质量分数(总氮基值)/%	≥ 98.50	70.00
(3)邻硝基对甲苯胺的纯度(GC)/%	≥ 99.50	99.00
(4)干品初熔点/℃	≥ 114.0	114.0
(5)盐酸不溶物的质量分数/%	≤ 0.20	0.20
(6)水分的质量分数/%	≤ 1.30	—

4 安全信息

4.1 安全

根据 GB 12268《危险货物名录》，邻硝基对甲苯胺为 6.1 类毒害品，危险品编号为 (UN:2660,CN:61779)，对人体有毒，对眼睛、皮肤、黏膜和上呼吸道有刺激作用，吸收进入体内后可形成高铁血红蛋白而致紫绀。

4.2 安全技术说明书

按 GB 16483《化学品安全技术说明书 内容和项目顺序》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：

- 提供该产品的危险性信息；
- 安全使用方法；
- 运输、贮存要求；
- 防护措施；
- 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。潮品从每批产品的 100 % 袋(或桶)中取样，干品每批采样数应符合 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，所采样品总量潮品不得少于 1 000 g，干品不得少于 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 邻硝基对甲苯胺(总氮基值)的测定

6.3.1 测定原理

采用重氮化法。利用芳香族伯胺在低温及过量无机酸的存在下和亚硝酸钠作用生成重氮盐的原理进行测定。

6.3.2 试剂和溶液

- 冰醋酸；
- 亚硝酸钠标准滴定溶液： $[c(\text{NaNO}_2)=0.25 \text{ mol/L}]$ ，终点判定用淀粉-碘化钾试纸；
- 盐酸溶液：盐酸与水的体积比=1:1；
- 溴化钾溶液：100 g/L；
- 淀粉-碘化钾试纸。

6.3.3 测定步骤

称取试样 1.0 g~1.5 g(精确至 0.000 2 g)，置于 500 mL 烧杯中，加入 20 mL 冰醋酸、30 mL 盐酸溶液及 20 mL 水，加热使其完全溶解。冷至室温，加入 10 mL 溴化钾溶液，加水至总体积为 300 mL，冷却至 10℃~15℃，在搅拌下以亚硝酸钠标准滴定溶液滴定，滴定时将滴定管尖端插入液面下，近终点时再把滴定管提出，继续滴定并用淀粉-碘化钾试纸试验，当试液点在试纸上呈微蓝色并保持 5 min 不消失，即为终点。

在同样条件下做一空白试验。

6.3.4 结果计算

邻硝基对甲苯胺含量以质量分数 w_1 计，数值用 % 表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{c[(V_1 - V_0)/1000]M}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中：

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的准确浓度数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1 ——耗用亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白实验耗用亚硝酸钠标准滴定溶液的体积数值，单位为毫升(mL)；

M ——邻硝基对甲苯胺的摩尔质量数值，单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2)=152.15$]；

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。

6.3.5 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.30 % (质量分数)，取其算术平均值作为测定结果。

6.4 邻硝基对甲苯胺纯度的测定(GC)

6.4.1 测定原理

采用气相色谱法，在毛细管气相色谱柱上，分离邻硝基对甲苯胺及其有机杂质组分，经氢火焰离子化检测器(FID)检测，采用峰面积归一化法定量。

6.4.2 仪器、装置

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，液膜厚度 0.25 μm ；

d) 固定相：14 % 氰丙基苯基-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) 进样器：10 μL 微量注射器；

f) 记录仪：色谱工作站或积分仪。

6.4.3 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2 所示。

可根据不同仪器设备，选择最佳分析条件。

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		60
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		10 : 1
进样量/μL		1.0
程序升温	初始柱温/℃	150
	保持时间/min	2
	升温速度/(℃/ min)	5
	终止温度/℃	220
	保持时间/min	6

6.4.4 试剂

三氯甲烷。

6.4.5 试样溶液的配制

称取邻硝基对甲苯胺样品 0.5 g(精确至 0.01 g)于 10 mL 容量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度。

6.4.6 测定步骤

待色谱仪各项操作条件稳定后,用微量注射器吸取 1.0 μL 试样溶液进样,待出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

6.4.7 结果计算

邻硝基对甲苯胺的纯度以 w_2 计,数值用 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_1 ——邻硝基对甲苯胺的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——邻硝基对甲苯胺及各有机杂质的峰面积数值的总和。

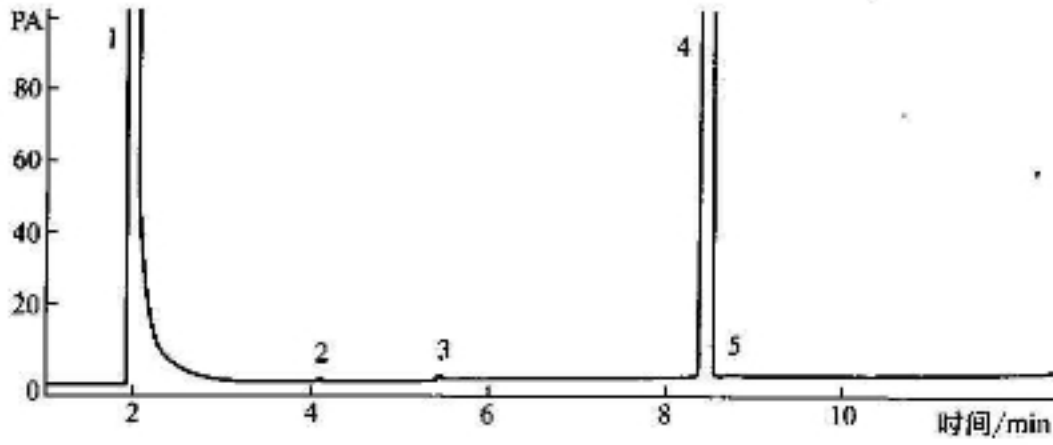
计算结果表示到小数点后两位。

6.4.8 允许差

邻硝基对甲苯胺两次平行测定结果之差应不大于 0.20 %,取其算术平均值作为测定结果。

6.4.9 色谱图

色谱图见图 1。



- 1——溶剂;
- 2,3——未知物;
- 4——邻硝基对甲苯胺;
- 5——异构体。

图 1 邻硝基对甲苯胺气相色谱示意图

6.5 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384—2007 的规定进行,试样的烘干温度为 50 ℃~60 ℃。

6.6 盐酸不溶物的测定

按 GB/T 2381—2006 的规定进行,称取试样 5 g(精确至 0.000 1 g),置于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 水、20 mL 盐酸,加热至 70 ℃左右使其全部溶解,用已恒重的 G₃ 玻璃坩埚式过滤器过滤,并用温水冲洗,在 100 ℃~105 ℃烘箱中烘至恒重。

两次平行测定结果之差应不大于 0.02 %(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

6.7 水分的测定

按 GB/T 2386—2006 中 3.4 的规定进行。称样量为 1.0 g。

两次平行测定结果之差应不大于 0.10 %(质量分数),取其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 3 的表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

7.2 出厂检验

邻硝基对甲苯胺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邻硝基对甲苯胺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,干品应重新自两倍量的包装中取样进行检验,潮品应重新按标准规定取样进行检验,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

邻硝基对甲苯胺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

邻硝基对甲苯胺用内衬塑料袋的铁桶包装,并加密封和封印,每桶净含量 25 kg±0.2 kg 或 50 kg±0.2 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

运输时应避免强烈震荡,搬运时应小心轻放;应防火、防晒、防雨。切勿损坏包装。

8.4 贮存

邻硝基对甲苯胺产品应贮存于阴凉、干燥、通风处。贮存应符合 GB 15603 的相关规定。