

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:13262—2004

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

**HG/T 2553—2003**

代替 HG/T 2553—1993

---

### 2,4-二硝基氯苯

2,4-Dinitrochlorobenzene

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准修改采用日本工业标准 JIS K 4103—1995《硝基氯苯类》。

本标准与 JIS K 4103—1995 的主要差异如下：

- 固定液由烷撑乙二醇苯二甲酸酯与磷酸，改为二硝基苯二甲酸聚乙二醇酯(FFAP)和磷酸。
- 外观由浅黄色固体改为浅黄色至浅棕色熔铸体。
- 取消了不挥发分含量。

本标准代替 HG/T 2553—1993《2,4-二硝基氯苯》。

本标准与 HG/T 2553—1993 相比主要变化如下：

- 外观由浅黄色至浅棕色结晶改为浅黄色至浅棕色熔铸体。
- 结晶点规范为干品结晶点，优等品由 48.0℃修改为 48.5℃。
- 纯度优等品由 98.5%修改为 99.0%。
- 低沸物含量优等品由 0.5%修改为 0.2%。
- 二硝基氯苯异构体含量优等品由 1.5%修改为 1.0%。
- 纯度及有机杂质含量结果计算公式中绝对校正因子改为相对校正因子。
- 高沸物含量优等品由 0.1%修改为 0.05%。
- 水分指标由 1.0%修改为 0.5%。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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(CSBTS/TC134)归口。

本标准起草单位：河南洛染股份有限公司、沈阳化工研究院、南京化工厂。

本标准主要起草人：邱顺通、季浩、钱迎春。

本标准于 1966 年首次发布为化工部颁标准 HG 2-326—1966；1975 年第一次修订；1993 年第二次修订并调整为推荐性化工行业标准 HG/T 2553—1993。

## 2,4-二硝基氯苯

### 1 范围

本标准规定了 2,4-二硝基氯苯的要求、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 2,4-二硝基氯苯产品的质量检验,该产品主要用于染料工业中。

结构式:



分子式:  $C_6H_3N_2O_4Cl$

相对分子质量: 202.55(按 1997 年国际相对原子质量)

### 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 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2385 染料中间体结晶点测定通用方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9722—1988 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 13753 染料中间体水分测定通用方法 卡尔·费休法和卡尔·费休改良法

### 3 要求

2,4-二硝基氯苯的质量应符合表 1 要求。

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. 结晶点, $^{\circ}C$	$\geq 48.5$	47.5	47.0
3. 纯度, %	$\geq 99.0$	96.0	93.0
4. 低沸物, %	$\leq 0.2$	1.0	1.0
5. 二硝基氯苯异构体, %	$\leq 1.0$	3.0	6.0
6. 高沸物, %	$\leq 0.05$	0.1	0.1
7. 水分, %	$\leq$	0.5	

### 4 采样

以批为单位采样,生产厂以一次混合均匀的产品为一批。每批采样桶数应符合 GB/T 6678—1986

中 6.6 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。将选取的桶置于热水或蒸汽中,使桶内产品完全熔化并防止水分进入桶内,将熔化的产品搅匀,用清洁干燥的玻璃采样管从桶的上、中、下三部分取样,也可在出料口放料 1~2 桶后取样。当样品凝固后,将其研细混匀,由其中选取不少于 500 g 样品,分装于两个清洁、干燥、密封良好的磨口瓶中,瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、取样日期、地点,一瓶由检验部门检验,一瓶保存备查。

## 5 试验方法

除另有说明,本标准所用试剂均指分析纯试剂,水应符合 GB/T 6682 中三级水规格;检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。

### 5.1 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

### 5.2 结晶点的测定

按照 GB/T 2385 规定的方法进行测定。试样量约 50 g,在 65℃ 下熔化,同时用 10 g 4 Å(或 5 Å)分子筛进行干燥。

### 5.3 纯度及低沸物、二硝基氯苯异构体、高沸物等有机杂质含量的测定

#### 5.3.1 方法提要

用气相色谱法进行测定,检测器用氢火焰离子化检测器,计算方法采用校正面积归一法。

#### 5.3.2 仪器

- 气相色谱仪:所用仪器应符合 GB/T 9722—1988 中第 5 章的规定。
- 色谱柱:内径(3~4)mm、长 2 m 的不锈钢柱或玻璃柱。
- 检测器:氢火焰离子化检测器。
- 注射器:1 μL、5 μL、10 μL 的微量注射器。

#### 5.3.3 色谱柱的制备

##### 5.3.3.1 填充物

- 固定液:二硝基苯二甲酸聚乙二醇酯(FFAP)和磷酸按(5+1)质量比混合。
- 载体:白色硅藻土(Chromosorb WHP),粒度 150 μm~180 μm(100 目~80 目)。
- 涂渍度:固定液混合物/载体=8%。

##### 5.3.3.2 固定液的涂渍

称 0.80 g 固定液混合物于 250 mL 烧杯中,加入 25 mL 三氯甲烷和 15 mL 甲醇使其完全溶解,将 10.0 g 干燥的载体缓缓倒入烧杯中,使载体完全润湿,浸泡 15 min 后在红外灯下轻轻拍打并转动烧杯使其涂渍均匀,待溶剂挥发干后,移至 100℃ 烘箱中干燥 30 min。

##### 5.3.3.3 填充方法

按 GB/T 9722—1988 中 7.1.3 的规定进行。

##### 5.3.3.4 色谱柱的老化

将填充好的色谱柱装入色谱仪柱箱中,在氮气流量为 5 mL/min~10 mL/min,220℃ 下老化 6 h~8 h,老化时色谱柱应和检测器断开。

#### 5.3.4 色谱操作条件

- 柱箱温度:185℃。
- 检测温度:250℃。
- 汽化温度:250℃。
- 载气(氮气)流量:20 mL/min。
- 燃烧气(氢气)流量:30 mL/min。
- 助燃气(空气)流量:400 mL/min。

- g) 进样量:1  $\mu\text{L}$ 。  
 h) 定量方法:校正面积归一法。  
 i) 分辨率: $R \geq 1.8$ 。

### 5.3.5 校准混合溶液的配制及校正因子的测定

#### 5.3.5.1 校准混合溶液的配制

##### 5.3.5.1.1 试剂

- a) 三氯甲烷。  
 b) 间二硝基苯。  
 c) 2,4-二硝基氯苯;在本试验条件下无杂质检出。  
 d) 2,6-二硝基氯苯;在本试验条件下无杂质检出,其制备方法参见资料性附录 A。

##### 5.3.5.1.2 单一校准溶液的配制

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为二个月。

表 2 单一校准溶液

溶液名称	试 剂	质量,g	稀释后体积,mL
A 液	间二硝基苯	0.250 0	50
B 液	2,4-二硝基氯苯	5.000	50
C 液	2,6-二硝基氯苯	0.250 0	25

##### 5.3.5.1.3 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	1.0	2.0	3.0	4.0
三氯甲烷稀释后体积	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0

##### 5.3.5.2 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  $\mu\text{L}$  校准混合溶液进样,在出峰完毕后,准确测量各组分的峰面积。

各组分校正因子按式(1)计算:

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

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,单位为毫伏秒(mV·s);

$m$ ——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,单位为毫伏秒(mV·s)。

### 5.3.6 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,准确测量各组分的峰面积。

### 5.3.7 结果的计算

以质量分数  $W_i(\%)$  表示的各组分含量按式(2)计算:

$$W_i = \frac{f_i \cdot A_i}{\sum (f_i \cdot A_i)} \times (100 - W) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$f_i$ ——组分  $i$  的校正因子;

$A_i$ ——组分  $i$  的峰面积数值,单位为毫伏秒(mV·s);

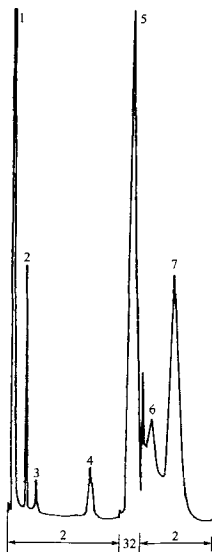
$W$ ——2,4-二硝基氯苯水分的质量分数,数值以%表示。

### 5.3.8 允许差

以两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。其中溶剂峰后直至 2,4-二硝基氯苯峰之前出峰的组分为低沸物,校正因子以间二硝基苯的校正因子计,两次平行测定结果之差不大于 0.05%;2,4-二硝基氯苯两次平行测定结果之差不大于 0.2%;2,4-二硝基氯苯峰之后至 2,6-二硝基氯苯峰结束为二硝基氯苯异构体,校正因子以 2,6-二硝基氯苯校正因子计,两次平行测定结果之差不大于 0.1%;2,6-二硝基氯苯峰之后直至与 2,4-二硝基氯苯的相对保留时间为 1.5 处出峰的组分为高沸物,校正因子以 2,6-二硝基氯苯校正因子计,两次平行测定结果不大于 0.02%。

### 5.3.9 色谱图

色谱图示例见图 1。



1—溶剂三氯甲烷;2—硝基氯苯;3—二硝基苯;4—间二硝基苯;

5—2,4-二硝基氯苯;6—异构体;7—2,6-二硝基氯苯

图 1 2,4-二硝基氯苯色谱图

#### 5.4 水分的测定

按 GB/T 13753 的规定进行水分测定。

试样量为 2 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 %,取算术平均值作为测定结果。

### 6 检验规则

#### 6.1 检验分类

本标准表 1 中的 1、2、3、4、5、6 规定的项目为出厂检验项目,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。

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

#### 6.2 出厂检验

2,4-二硝基氯苯应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的 2,4-二硝基氯苯均符合本标准的要求。

#### 6.3 复检

检验结果中若有一项指标不符合标准要求时,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标准要求,则整批产品不能验收。

### 7 标志、包装、运输和贮存

#### 7.1 标志

2,4-二硝基氯苯的每个包装桶上都应涂上牢固、清晰的标志,注明产品名称、等级、注册商标、净含量、生产厂名称、厂址、标准编号、批号、生产日期,并按 GB 190 的规定,标明“有毒”标志,同时应附有产品质量检验合格的证明。

#### 7.2 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。其他包装可与用户协商确定。

#### 7.3 运输

运输时应轻取轻放,防止日晒雨淋。接触或搬运 2,4-二硝基氯苯时,应使用防护用品,防止直接接触皮肤或吸入体内。

#### 7.4 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 热冰乙酸中,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 冰乙酸和 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。