

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:23695—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4032—2008

邻氯对硝基苯胺

o-Chloro-*p*-Nitroaniline

2008-04-20 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准根据我国国情,结合各生产企业的实际情况制定而成。

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、浙江福井化学工业有限公司。

本标准主要起草人:李春梅、章建东、杨杰民。

本标准为首次发布。

邻氯对硝基苯胺

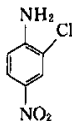
警告——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了邻氯对硝基苯胺的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存和安全、安全技术说明书。

本标准适用于邻氯对硝基苯胺的产品质量控制,该产品主要用于染料、农药、颜料及医药工业中。

结构式:



分子式: $C_6H_5ClN_2O_2$

相对分子质量: 172.57(按 2005 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 191 包装储运图示标志(eqv 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 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2384—2007 染料中间体 熔点的测定 通用方法

GB/T 6678—2003 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 12268—2005 危险货物物品名表

3 要求

邻氯对硝基苯胺的质量应符合表 1 的要求。

表 1 邻氯对硝基苯胺的质量要求

项 目	指 标	
	一等品	合格品
1. 外观	淡黄色至黄色粉末	淡黄至黄棕色或深绿色膏状物
2. 干品初熔点/℃	≥ 107.0	95.0
3. 氨基值/(% (质量分数))	≥ 99.00	65.00
4. 邻氯对硝基苯胺纯度(HPLC)/%	≥ 99.00	90.00
5. 对硝基苯胺含量(HPLC)/%	≤ 0.10	1.50
6. 2,6-二氯对硝基苯胺含量(HPLC)/%	≤ 0.50	5.00
7. 对氯邻硝基苯胺含量(HPLC)/%	≤ 0.20	2.50

4 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,所采样品干品总量不得少于 500 g,潮品总量不得少于 1 000 g。将采取的样品充分混匀后,分装于两个清洁、干燥、密封良好的避光容器中,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和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液,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 1250—1989 中的 5.2 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 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384—2007 的规定进行,样品在 85 ℃烘干 2 h。

5.4 氨基值的测定

5.4.1 方法提要

采用重氮化法。

利用芳香族伯胺在低温及过量无机酸存在下与亚硝酸钠作用生成重氮盐的原理进行测定。

5.4.2 试剂和溶液

- a) 冰乙酸。
- b) 盐酸溶液:1+1。
- c) 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.25\text{ mol/L}$,标定时用淀粉-碘化钾试纸判定终点。
- d) 淀粉碘化钾试纸。

5.4.3 分析步骤

称取试样约 1.0 g(精确至 0.000 2 g),置于 1 000 mL 烧杯中,加入 100 mL 冰乙酸溶解,加 100 mL 盐酸溶液,冷却至 0 ℃~5 ℃,然后将滴定管尖端插入溶液中,加入估计量的 80 %亚硝酸钠标准滴定溶液,然后加入冰水稀释至 600 mL,继续滴定直至使淀粉-碘化钾试纸呈现微蓝色润圈,并保持 5 min 不变即为终点,在相同条件下做空白试验。

5.4.4 结果计算

氨基值以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c(V-V_0)M}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——邻氯对硝基苯胺的摩尔质量数值,单位为克每摩尔 g/mol [$M(C_6H_5ClN_2O_2)=172.57$];

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。

5.4.5 允许差

氨基值两次平行测定结果之差不大于 0.3%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.5 邻氯对硝基苯胺纯度及有机杂质含量的测定

5.5.1 方法原理

采用高效液相色谱法,用峰面积归一化法求得邻氯对硝基苯胺纯度及有机杂质的含量。

5.5.2 仪器设备

a) 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。

b) 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C_{18} ODS $5\mu m$ 。

c) 数据处理机:色谱工作站或积分仪。

d) 微量注射器:10 μL ~25 μL 平头微量注射器。

e) 超声波发生器。

5.5.3 试剂和溶液

a) 甲醇:色谱纯。

b) 四甲基溴化铵水溶液:2.0 g/L 四甲基溴化铵。

c) 水:经 0.45 μm 滤膜过滤。

5.5.4 色谱分析条件

a) 流动相:甲醇+四甲基溴化铵水溶液=50+50。

b) 波长:254 nm。

c) 流量:1.0 mL/min。

d) 柱温:室温。

e) 进样量:5 μL 。

可根据装置不同,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。

5.5.5 溶液的制备

称取邻氯对硝基苯胺试样 0.03 g(精确至 0.001 g)于 25 mL 棕色容量瓶中,加甲醇溶解,并稀释至刻度,混合均匀,于超声波发生器中振荡、充分溶解后备用。

5.5.6 分析步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器进试样溶液 5 μL ,待最后一个组分流完(见色谱图 1),用数据处理机进行结果处理。

5.5.7 结果计算

邻氯对硝基苯胺纯度及有机杂质含量以 w_i 计,数值以%表示,按式(2)计算:

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

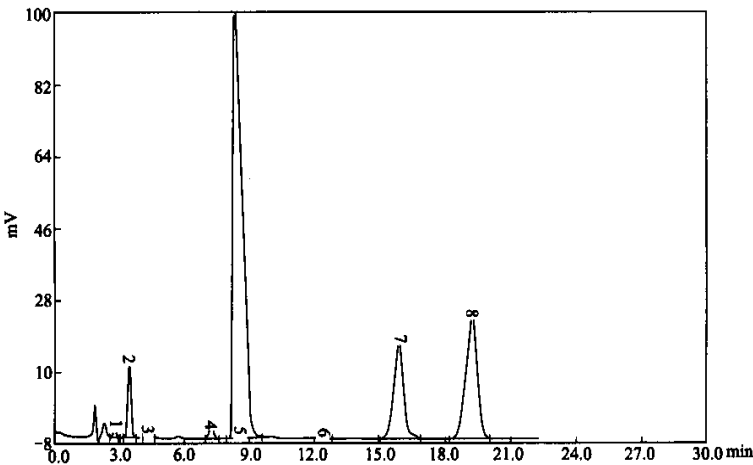
式中：
A_i——各组分的峰面积数值。
计算结果表示到小数点后两位。

5.5.8 允许差

邻氯对硝基苯胺纯度两次平行测定结果之差应不大于 0.2 %，其他有机杂质两次平行测定结果之差应不大于 0.05%，取其算术平均值作为测定结果。

5.5.9 色谱图

色谱图见图 1。



- 1——未知物；
- 2——对硝基苯胺；
- 3——未知物；
- 4——2,4-二硝基苯胺；
- 5——邻氯对硝基苯胺；
- 6——未知物；
- 7——对氯邻硝基苯胺；
- 8——2,6-二氯对硝基苯胺。

图 1 邻氯对硝基苯胺色谱示意图

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

邻氯对硝基苯胺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邻氯对硝基苯胺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，则整批产品不能验收。

7 标志、标签、包装、运输、贮存

7.1 标志、标签

邻氯对硝基苯胺的每个包装袋上都应涂上牢固、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。也可将批号、生产日期打印在标签上,并和产品质量检验合格的证明一起粘贴在包装袋的外面。并按照 GB 190 和 GB/T 191 的规定标明“有毒品”字样和标志。

7.2 包装

邻氯对硝基苯胺用内衬塑料袋的编织袋包装。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。

7.3 运输

邻氯对硝基苯胺产品在运输过程中应避免曝晒、碰撞和雨淋,搬运时轻搬轻放。

7.4 贮存

邻氯对硝基苯胺应贮存于阴凉、干燥、通风的库房内,避免阳光照射,远离火源。产品贮存期为一年。

8 安全、安全技术说明书

8.1 安全

按 GB 12268 的规定,邻氯对硝基苯胺危险品编号(UN:2237;CN:61772),属于 6.1 类有毒物质,触及皮肤易经皮肤吸收或误食,吸入会引起中毒,如发生意外,应及时就医。使用及搬运时,应穿戴劳动保护用品,严格注意安全。

8.2 安全技术说明书

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、储存要求。
 - d) 防护措施。
 - e) 应急处理措施等。
-