



中华人民共和国国家标准

GB/T 1653—1997

邻 硝 基 氯 苯

o-Chloronitrobenzene

1997-10-14 发布

1998-04-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
邻 硝 基 氯 苯
GB/T 1653—1997

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 17 千字
1998年4月第一版 1998年4月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-14672 定价 10.00 元

*

标 目 333—09

前 言

本标准等效采用了日本工业标准 JIS K 4103—1982《硝基氯苯类(*o*-硝基氯苯、*p*-硝基氯苯、1,4-二硝基-2-硝基苯、1-氯-2,4-二硝基苯)》，本标准中控制项目比日本工业标准多二硝基氯苯含量一项，本标准中优等品指标高于日本工业标准。

原标准 GB/T 1653—86 采用气相色谱法测定邻硝基氯苯及其有机杂质的含量，峰高归一化法定量，二硝基氯苯含量的测定采用薄板层析法，由于峰高归一化法定量在准确性方面不如峰面积归一化法，层析法操作手续繁琐，测定误差大，故本次标准修订中，将原标准中邻硝基氯苯及其有机杂质含量的测定由峰高归一化法改为峰面积归一化法定量；二硝基氯苯含量的测定，由层析法改为气相色谱法，测定项目及指标与原标准相同。

本标准自生效之日起，同时代替 GB/T 1653—86。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院技术归口。

本标准起草单位：吉林化学工业股份有限公司染料厂。

本标准主要起草人：徐祥云、寇亚范、张贵。

本标准于 1965 年首次发布；1982 年第一次修订；1986 年第二次修订。

中华人民共和国国家标准

GB/T 1653—1997

邻 硝 基 氯 苯

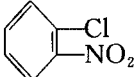
代替 GB 1653—86

o-Chloronitrobenzene

1 范围

本标准规定了邻硝基氯苯的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。本标准适用于氯苯经硝化、分离制得的邻硝基氯苯。该产品主要用于染料、农药和医药工业中。

分子式: $C_6H_4ClNO_2$

结构式: 

相对分子质量: 157.56 (按 1991 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—90 危险货物包装标志

GB/T 2385—92 染料中间体结晶点通用测定方法

GB/T 7531—87 有机化工产品灰分的测定

GB/T 9722—88 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 13753—92 染料中间体水分测定通用方法卡尔·费休法及卡尔·费休改良法

3 要求

邻硝基氯苯应符合表 1 要求:

表 1 邻硝基氯苯的质量指标

项 目	指 标	
	优 等 品	合 格 品
(1) 外观	淡黄色至黄色熔铸体或油状液体	
(2) 干品结晶点, °C	≥ 31.7	31.5
(3) 邻硝基氯苯含量, %	≥ 99.0	98.5
(4) 间硝基氯苯与对硝基氯苯含量, %	≤ 1.0	1.5
(5) 低沸物, %	≤ 0.1	0.2
(6) 高沸物, %	≤ 0.1	0.2
(7) 二硝基氯苯含量, %	≤ 0.05	0.2
(8) 水分, %	≤ 0.1	0.2
(9) 灰分, %	≤ 0.1	0.1

4 采样

从每批(以均匀产品为一批)产品的 10%桶中采样,小批时不得少于 3 桶。采样时应先将桶放入化料池,将桶内产品全部熔化后搅匀,用直径为 1 cm 长约 1 m 的玻璃管取出包括上、中、下三部分样品。待选取的试样冷却至室温后,放入研钵中仔细研碎,混合均匀(试样为液体时不须研磨),从其中取出 500 g 样品,分装于两个清洁干燥的带磨口塞的广口瓶中,瓶上粘贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、批号和取样日期,一瓶由检验部门进行检验,一瓶保存备查。

5 试验方法

5.1 外观的测定

采用目视测定。

5.2 干品结晶点的测定

取约 50 g 邻硝基氯苯及 10 g 5 Å 分子筛于 125 mL 广口瓶中,盖紧瓶塞置 50℃ 恒温烘箱中熔化,脱水 15 min,在此过程中应摇动试样瓶两次。然后按 GB/T 2385 的有关规定进行测定。

5.3 邻硝基氯苯、对硝基氯苯、间硝基氯苯、低沸物、高沸物、二硝基氯苯含量的测定

5.3.1 方法提要

采用气相色谱法,用峰面积归一化法定量以求得邻硝基氯苯、对硝基氯苯、间硝基氯苯、低沸物、高沸物的含量,用外标法定量以求得二硝基氯苯的含量。

5.3.2 仪器

气相色谱仪:仪器灵敏度及稳定性应符合 GB/T 9722 的规定;

检测器:氢火焰离子化鉴定器 FID;

记录器:满量程 10 mV,响应时间 1 s 或具有此功能的数据处理机;

色谱柱:内径 3.5~4 mm,长 2 m 和内径 3.5~4 mm,长 1 m U 型的不锈钢柱或玻璃柱各一支;

微量注射器:10 μ L。

5.3.3 色谱柱的制备

5.3.3.1 填充物

载体:6201 型担体 180~250 μ m;

固定液:聚己二酸乙二醇酯(PEGA),最高使用温度 150℃,溶剂三氯甲烷;

涂渍度:3%。

5.3.3.2 固定液涂渍

称取 0.42 g PEGA 于 250 mL 烧杯中,加入相当于 14 g 担体体积的三氯甲烷溶剂,在红外灯下使固定液溶解后,将 14 g 干燥好的担体徐徐倒入烧杯中,将烧杯置于真空干燥器内,在真空度 80 kPa 下保持 5~10 min,取出置于通风橱内,在红外灯下使溶剂缓慢挥发至干(经常拍打烧杯),使之涂渍均匀,移于 90℃~100℃烘箱中干燥 30 min,备用。

5.3.3.3 填充方法

将色谱柱接检测器端塞上铜网,接真空泵,另一端接一漏斗。在真空度约 80 kPa 下徐徐倾入固定相,并轻轻敲打色谱柱至固定相不再被抽入柱内为止,取下色谱柱拿出铜网,补充一些固定相,将色谱柱两端塞好玻璃棉,备老化。

5.3.3.4 色谱柱老化

将填充好的色谱柱置于色谱仪柱箱中,通氮气流量 5~10 mL/min,于 145℃ 下老化 8 h。

5.3.4 色谱仪操作条件

根据不同仪器及本实验要求选择色谱操作条件,以岛津 GC-14B 型气相色谱仪为例,操作条件如下:

5.3.4.1 邻硝基氯苯、对硝基氯苯、间硝基氯苯、低沸物、高沸物的色谱操作条件

柱温:140℃;

检测室温度:220℃;

气化室温度:250℃;

载气(N₂)流量:45 mL/min;燃烧气(H₂)流量:40 mL/min;

助燃气(空气)流量:400 mL/min;

纸速:3 mm/min;

进样量:0.4 μL;

分辨率: $R_{\text{邻-对硝基氯苯}} \geq 1.3$;

定量方法:峰面积归一化法。

5.3.4.2 二硝基氯苯的色谱操作条件

柱温:142℃;

检测器温度:260℃;

气化室温度:280℃;

载气(N₂)流量:35~40 mL/min;

进样量:2 μL;

定量方法:外标法;

其他色谱操作条件与 5.3.4.1 相同。

5.3.5 标准溶液的配制及校正因子的测定

5.3.5.1 试剂

氯苯;

对二氯苯;

硝基苯;

间硝基氯苯;

对硝基氯苯;

邻硝基氯苯:纯品(用乙醇重结晶,直至在本实验条件下无杂质检出);

2,4-二硝基氯苯;

三氯甲烷。

5.3.5.2 邻硝基氯苯、对硝基氯苯、间硝基氯苯、低沸物、高沸物校准溶液的配制

按表 2 要求分别称取各种试剂(精确至 0.000 2 g),用三氯甲烷溶解稀释至一定体积,配制成一系列单一校准溶液。

表 2 单一校准溶液的配制

项 目	溶 液 编 号					
	A 液	B 液	C 液	D 液	E 液	F 液
试剂名称	氯 苯	对二氯苯	硝基苯	间硝基氯苯	对硝基氯苯	邻硝基氯苯
试剂质量 (g)	0.06	0.06	0.12	0.22	0.22	7.00
溶液体积 (mL)	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	50.0

在编号的 10 mL 容量瓶中,分别将上述单一校准溶液按表 3 条件混合,配制得校准混合溶液。

表3 校准混合溶液的配制

单一校准溶液种类	校准混合溶液编号	1	2	3	4
	加入单一校准溶液, mL				
A 液		0.10	0.08	0.06	0.04
B 液		0.10	0.08	0.06	0.04
C 液		0.10	0.08	0.06	0.04
D 液		0.5	0.4	0.3	0.2
E 液		0.5	0.4	0.3	0.2
F 液		4.8	4.85	4.90	4.95
加三氯甲烷稀释后总体积		10	10	10	10

5.3.5.3 邻硝基氯苯、对硝基氯苯、间硝基氯苯、低沸物、高沸物相对校正因子的测定

待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器分别吸取 0.4 μL 1、2、3、4 号校准混合溶液进样,待出峰完毕后,准确测量各组分峰面积。

各组分相对校正因子 f_i 按式(1)计算:

$$f_i = \frac{m_i \cdot A_o}{m_o \cdot A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_i ——组分 i 的质量,mg;

A_o ——邻硝基氯苯的峰面积,mm²;

m_o ——邻硝基氯苯的质量,mg;

A_i ——组分 i 的峰面积,mm²。

注:标准溶液每月进行复校。

5.3.5.4 2,4-二硝基氯苯标准溶液的配制

A 液:称取 2,4-二硝基氯苯 0.156 2 g(精确至 0.000 2 g),于 25 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度。

B 液:吸取 A 液 2 mL 于 25 mL 容量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度。

在编号的 10 mL 容量瓶中,分别吸取上述 B 液 0.6、1.0、2.0、4.0 mL,用三氯甲烷稀释至刻度,得到 1、2、3、4 号校准溶液。

5.3.5.5 2,4-二硝基氯苯校正因子的测定

待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器分别吸取 2 μL 1、2、3、4 号校准溶液进样,待出峰完毕后,准确测量组分峰面积。

校正因子按式(2)计算:

$$f_i = \frac{m_i}{A_i} \dots\dots\dots (2)$$

式中: f_i ——2,4-二硝基氯苯的校正因子;

m_i ——2,4-二硝基氯苯的质量,mg;

A_i ——2,4-二硝基氯苯的峰面积,mm²。

注:标准溶液每季度进行复校。

5.3.6 测定步骤

5.3.6.1 邻硝基氯苯、对硝基氯苯、间硝基氯苯、低沸物、高沸物含量的测定

称取 0.5 g 试样(精确至 0.1 g)于 10 mL 容量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度混匀。用微量注射器吸取 0.4 μ L 试样溶液,进样,待出峰完毕。准确量取各组分峰面积,色谱图见图 1。

5.3.6.2 二硝基氯苯含量的测定

称取邻硝基氯苯试样 1.0 g(精确至 0.000 2 g)于 10 mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解,稀释至刻度,摇匀备用。二硝基氯苯的测定在另一支 1 m 的短柱上进行。待色谱仪各项操作条件稳定后,吸取 2 μ L 试样溶液进样,待出峰完毕,准确量取组分的峰面积,色谱图见图 2。

5.3.7 分析结果的计算

5.3.7.1 邻硝基氯苯、对硝基氯苯、间硝基氯苯、低沸物、高沸物含量分析结果的计算

各组分的质量百分含量 X_i 按式(3)计算:

$$X_i = \frac{f_i \cdot A_i}{\sum(f_i \cdot A_i)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: f_i ——组分 i 的相对校正因子;

A_i ——组分 i 的峰面积, mm^2 。

注

- 1 低沸物为溶剂峰后主峰前除间、对硝基氯苯以外所有流出组分,二氯苯异构体。校正因子按对二氯苯计,其他未知组分校正因子按邻近组分计;
- 2 高沸物为主峰之后所有流出组分,校正因子按邻硝基氯苯计。

5.3.7.2 二硝基氯苯含量分析结果的计算

二硝基氯苯的质量百分含量 X_i 按式(4)计算

$$X_i = \frac{f_i \cdot A_i}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: f_i ——2,4-二硝基氯苯的校正因子;

A_i ——2,4-二硝基氯苯的峰面积, mm^2 ;

m ——试样的质量, mg。

注: 二硝基氯苯异构体校正因子按 2,4-二硝基氯苯计。

5.3.8 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.2%, 取其算术平均值作为测定结果。

5.4 水分的测定

按 GB/T 13753 的有关规定进行。

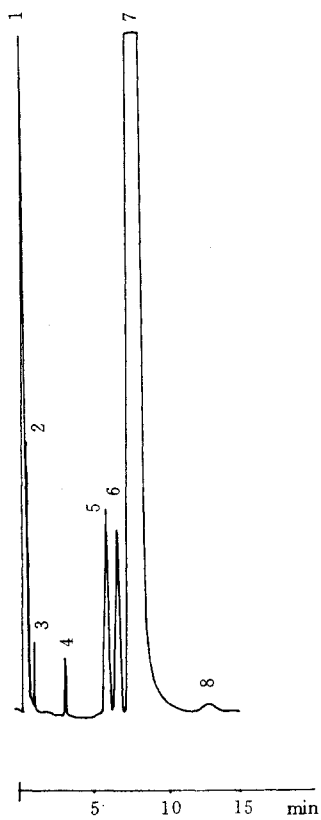
称样量 2~5 g(精确至 0.1 g), 溶剂为 1 体积甲醇和 3 体积三氯甲烷的混合溶液。

两次平行测定结果之差不大于 0.03%, 取其算术平均值作为测定结果。

5.5 灰分的测定

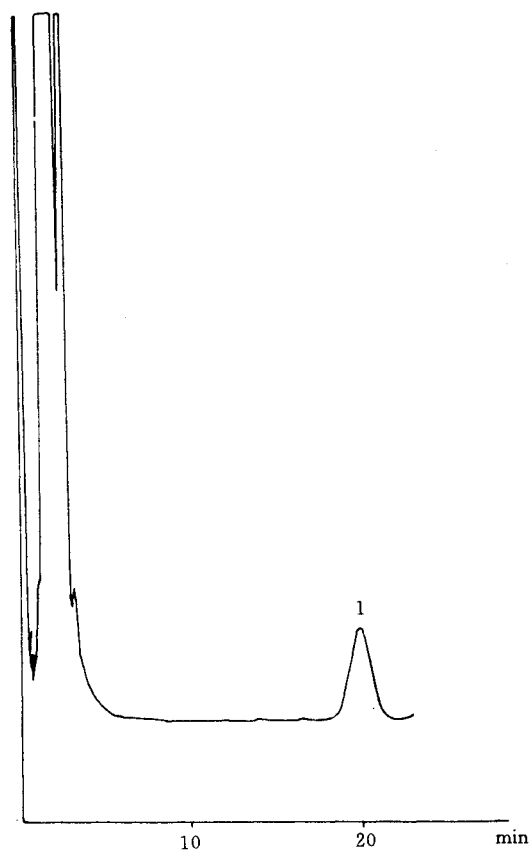
按 GB/T 7531 的有关规定进行。

称样量 10 g(精确至 0.1 g)置于灼烧至恒重的瓷坩埚中, 首先在小火上加热使之炭化, 然后再置于高温炉中, 在 750 $^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至恒重。



1—溶剂；2—氯苯；3—对二氯苯；4—硝基苯；5—间硝基氯苯；6—对硝基氯苯；
7—邻硝基氯苯；8—高沸物

图 1 邻硝基氯苯谱图



1—2,4-二硝基氯苯

图 2 邻硝基氯苯中二硝基氯苯谱图

6 检验规则

6.1 检验分类

表 1 中规定的全部项目为型式检验项目,其中(1)、(2)、(3)、(4)、(5)、(6)、(8)项为出厂检验项目,(7)、(9)项为定期检验项目,每季度检验一次。

6.2 生产厂检验

邻硝基氯苯应由生产厂的检验部门根据本标准的要求进行检验,生产厂应保证所有出厂的邻硝基氯苯都符合本标准的要求。

如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时,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不符合本标准要求时,则整批邻硝基氯苯不能验收。

6.3 用户验收

使用单位有权按照本标准的各项规定对所收到的邻硝基氯苯进行检验,检验其是否符合本标准的要求。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

邻硝基氯苯的外包装上应涂刷牢固的标志,注明:生产厂名称、产品名称、注册商标、产品等级、生产日期、批号、毛重、净重,并按 GB 190 的有关规定标注“有毒品”标志。

每批包装好的产品都应附有质量证明书。证明书内容包括:生产厂名称、产品名称、等级、批号、生产日期、出厂日期、产品净重、产品质量符合本标准要求的证明和本标准编号。

7.2 包装

邻硝基氯苯用 200 L 的铁桶包装,每桶净重 200 kg 或 250 kg。

7.3 运输

邻硝基氯苯毒性甚剧,使用及搬运时切勿与皮肤接触,严格注意安全。

7.4 贮存

邻硝基氯苯应放置在阴凉通风的库房内,防止日晒和雨淋。



GB/T 1653-1997

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-14672

定价: 10.00 元

*

标 目 333—09