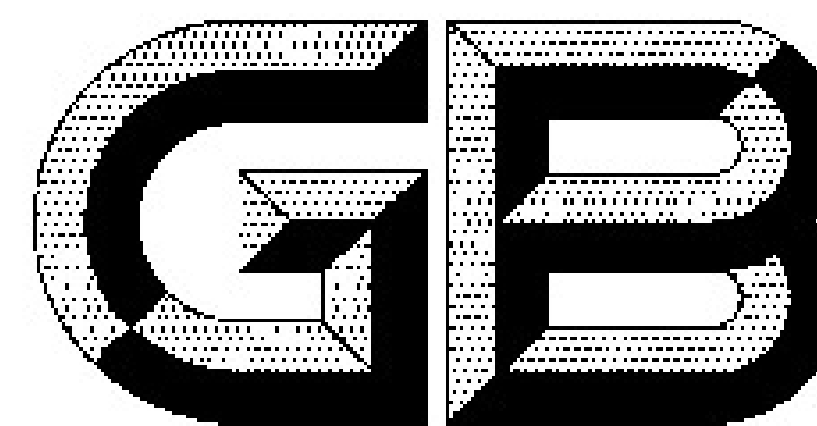




中华人民共和国国家标准

GB/T 1653—2023

代替 GB/T 1653—2013

邻、对硝基氯苯

o-, *p*-Chloronitrobenzene

2023-08-06 发布

2024-03-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 1653—2013《邻、对硝基氯苯》，与 GB/T 1653—2013 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 删除了干品结晶点控制项目及其试验方法(见 2013 年版的第 3 章、6.3)；
- 更改了产品质量要求的指标(见第 4 章，2013 年版的第 3 章)；
- 更改了采样要求(见第 6 章，2013 年版的第 5 章)；
- 更改了外观评定的测定方法(见 7.2，2013 年版的 6.2)；
- 更改了纯度及其有机杂质含量测定和水分测定中的溶剂(见 7.3.3、7.4，2013 年版的 6.4.2、6.5.1)；
- 更改了平行测定允许差(见 7.3.8，2013 年版的 6.4.6)。

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专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本文件起草单位：中国石化集团南京化学工业有限公司、浙江闰土新材料有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、沈阳化工研究院有限公司、厦门凯越特科技有限公司、金华橙拓家居用品有限公司、沈阳中化新材料科技有限公司。

本文件主要起草人：周立军、王明、阮兴龙、杜建国、陈素娟、谭运超、向清龙、李婧伊、孔京、胡彦冰。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1986 年首次发布为 GB 1653—1986，1997 年第一次修订；
- 2006 年第二次修订时，并入了 GB/T 6817—1992《对硝基氯苯》的内容(GB/T 6817—1992 的历次版本发布情况为：GB 6817—1986)；
- 2013 年第三次修订；
- 本次为第四次修订。

邻、对硝基氯苯

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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。

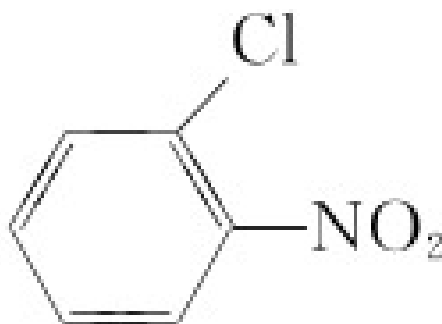
1 范围

本文件规定了邻硝基氯苯、对硝基氯苯的要求、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。

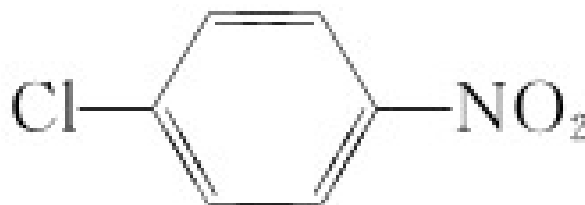
本文件适用于邻硝基氯苯、对硝基氯苯的产品质量控制。

分子式： $C_6H_4ClNO_2$

结构式：



邻硝基氯苯



对硝基氯苯

CAS 编号： 88-73-3

100-00-5

相对分子质量：157.55(按 2021 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB 190 危险货物包装标志
- GB/T 191—2008 包装储运图示标志
- GB/T 2386—2014 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 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—2012 危险货物品名表
- 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 危险化学品仓库储存通则
- GB/T 16483 化学品安全技术说明书 内容和项目顺序

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

邻硝基氯苯的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 邻硝基氯苯的质量要求

序号	项目	指 标		试验方法章条号
		优等品	合格品	
1	外观	浅黄色至黄色熔铸体或油状液体		7.2
2	邻硝基氯苯纯度/%	≥99.80	≥99.50	7.3
3	低沸物含量/%	≤0.05	≤0.10	7.3
4	间、对硝基氯苯总含量/%	≤0.10	≤0.30	7.3
5	高沸物含量/%	≤0.10	≤0.20	7.3
6	2,4-二硝基氯苯含量/%	≤0.05	≤0.10	7.3
7	水分(质量分数)/%	≤0.10	≤0.10	7.4

对硝基氯苯的质量要求应符合表 2 的规定。

表 2 对硝基氯苯的质量要求

序号	项 目	指 标			试验方法章条号
		优等品	一等品	合格品	
1	外观	浅黄色至黄色熔铸体			7.2
2	对硝基氯苯纯度/%	≥99.50	≥99.30	≥99.00	7.3
3	低沸物含量/%	≤0.10	≤0.10	≤0.20	7.3
4	间、邻硝基氯苯总含量/%	≤0.40	≤0.50	≤0.70	7.3
5	2,4-二硝基氯苯含量/%	≤0.05	≤0.05	≤0.10	7.3
6	水分(质量分数)/%	≤0.10	≤0.10	≤0.20	7.4

5 安全信息

5.1 安全要求

根据 GB 12268—2012 规定,邻硝基氯苯、对硝基氯苯属于 6.1 类毒性物质,危险品编号为 UN: 1578。遇明火、高热或与氧化剂接触有引起燃烧的危险。受高热分解放出有毒的氮氧化物和氯化物气体。对黏膜和皮肤有刺激作用。经吸入、摄入或经皮肤吸收可引起中毒。使用及搬运过程中应采取必要的防护措施,严格注意安全。

5.2 安全技术说明书

按 GB/T 16483, 邻硝基氯苯和对硝基氯苯出厂应提供详细的安全技术说明书。

6 采样

以批为单位采样, 生产厂以均匀产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定, 所采样品的包装应完好, 采样时不应使外界杂质落入产品中。采样时先将桶放入化料池, 待桶内物料全部熔化后搅匀, 用采样管采取包括上、中、下三部分的样品, 所采样品量不应少于 200 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、采样日期、地点。一个供检验, 一个保存备查。

7 试验方法

7.1 一般规定

除非另有规定, 仅使用确认为分析纯的试剂。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。

7.2 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

7.3 邻硝基氯苯、对硝基氯苯纯度及其有机杂质含量的测定

7.3.1 方法提要

采用气相色谱法, 在毛细管色谱柱上, 分离邻、对硝基氯苯及其有机杂质, 经氢火焰离子化检测器 (FID) 检测, 采用峰面积归一化法定量。

7.3.2 仪器设备

7.3.2.1 气相色谱仪: 仪器稳定性和灵敏度应符合 GB/T 9722—2006 中 6.3 和 6.4.2 的规定。

7.3.2.2 检测器: 氢火焰离子化检测器 (FID)。

7.3.2.3 毛细管色谱柱: 长 30 m、内径 0.32 mm、膜厚 0.25 μm 的毛细管色谱柱, 固定相为 (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)。

7.3.2.4 微量注射器或自动进样器。

7.3.2.5 分析天平: 精度为 0.1 mg。

7.3.2.6 色谱工作站或积分仪。

7.3.3 试剂

二氯甲烷: 色谱纯。

7.3.4 色谱分析条件

气相色谱分析条件如表 3 所示。

表 3 色谱分析条件

控制参数	分析条件
载气	高纯氮气
载气压力/kPa	70
检测器温度/℃	300
汽化室温度/℃	280
燃烧气(氢气)流量/(mL/min)	30
助燃气(空气)流量/(mL/min)	300
补偿气(高纯氮气)流量/(mL/min)	20
分流比	30 : 1
进样量/ μ L	1.0
柱温(程序升温)	初始温度为 80 ℃,保持 0 min,以 10 ℃/min 的速度升温至 140 ℃,保持 5 min。再以 20 ℃/min 的速度升温至 250 ℃,保持 5 min

7.3.5 试样溶液配制

称取试样约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)于烧杯中,加入适量二氯甲烷溶解,转移至 10 mL 容量瓶中稀释到刻度,摇匀,为试样溶液。

7.3.6 测定

可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件。开启色谱仪,待仪器各项分析条件稳定后,进试样溶液,待出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

7.3.7 结果计算

邻硝基氯苯、对硝基氯苯纯度及其有机杂质含量以 w_i 计,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\%$$

.....(1)

式中:

A_i ——试样中邻硝基氯苯、对硝基氯苯及其有机杂质的峰面积数值;
 $\sum A_i$ ——试样中邻硝基氯苯、对硝基氯苯及其有机杂质的峰面积数值之和。

计算结果保留到小数点后两位。如结果小于 0.01%,则保留一位有效数字。

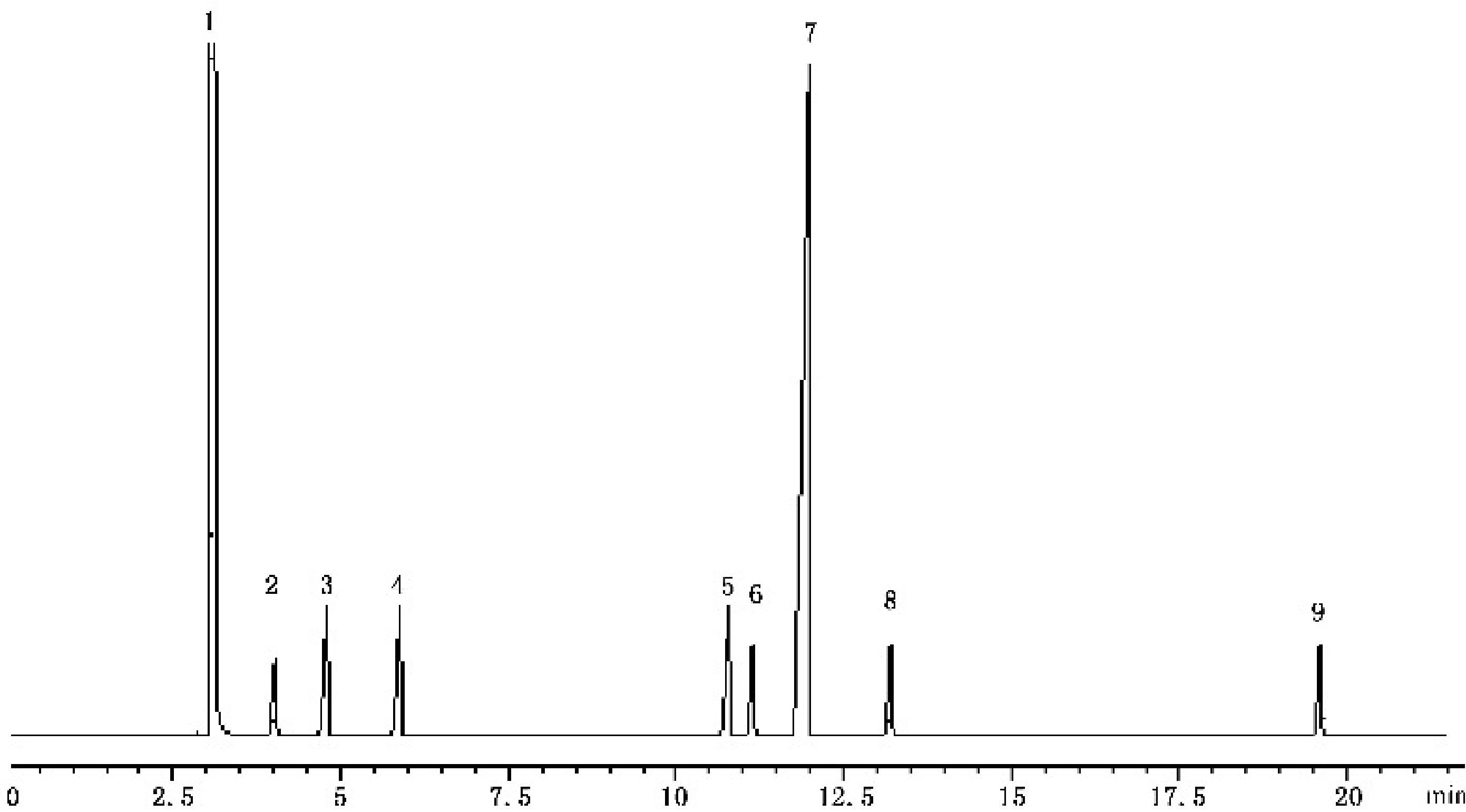
- 注 1: 邻硝基氯苯——低沸物为溶剂峰后邻硝基氯苯峰前除间、对硝基氯苯以外所有流出组分总和;高沸物为邻硝基氯苯峰后除 2,4-二硝基氯苯以外所有流出组分总和。
- 注 2: 对硝基氯苯——低沸物为溶剂峰后对硝基氯苯峰前除间硝基氯苯以外所有流出组分总和;高沸物为对硝基氯苯峰后除邻硝基氯苯和 2,4-二硝基氯苯以外所有流出组分总和。

7.3.8 允许差

邻硝基氯苯、对硝基氯苯两次平行测定值之差的绝对值应不大于 0.10%,其他有机杂质两次平行测定值之差的绝对值应不大于 0.02%。取其算术平均值作为测定结果。

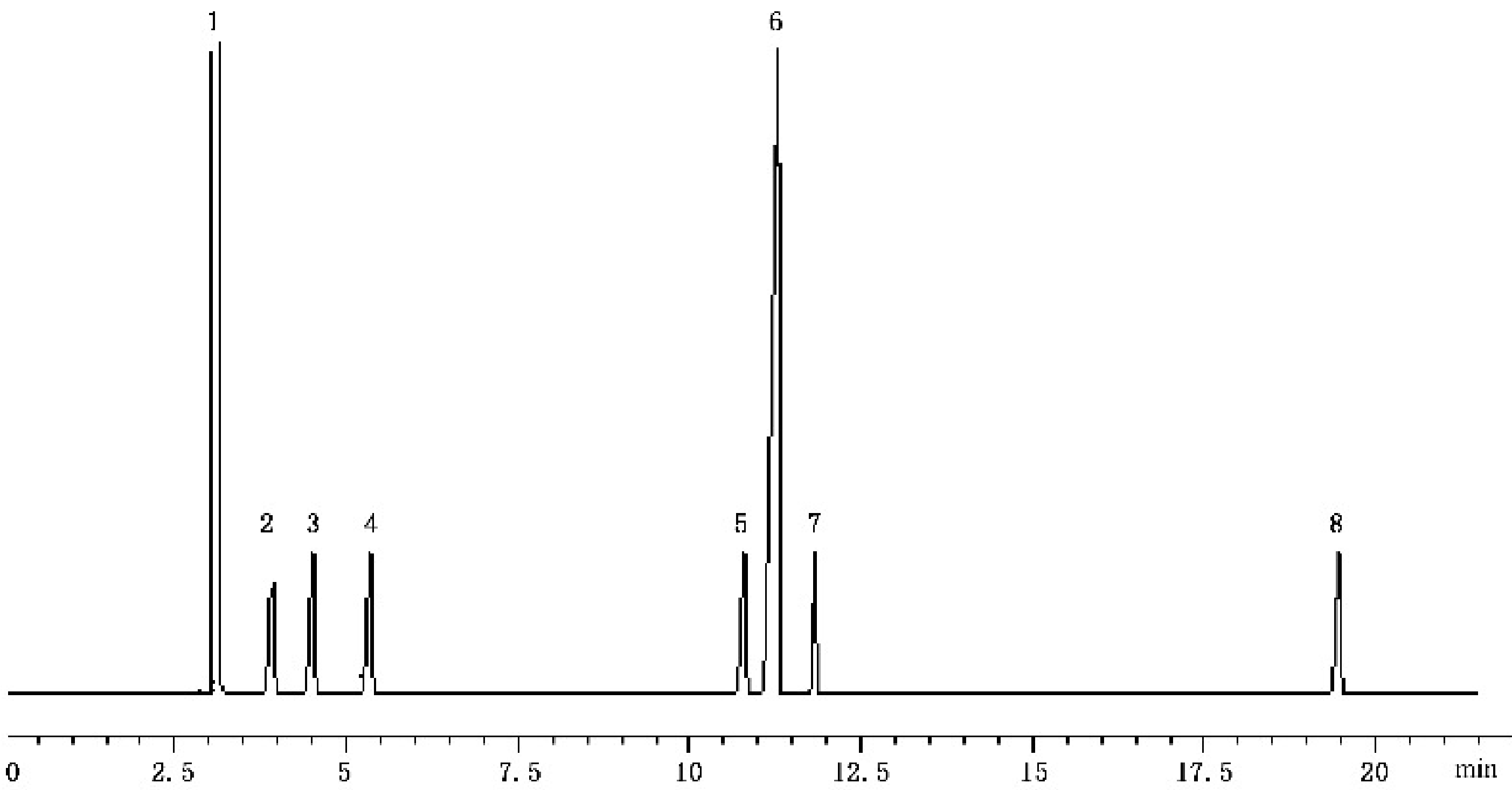
7.3.9 色谱图

邻硝基氯苯气相色谱示意图见图 1,对硝基氯苯气相色谱示意图见图 2。



- 标引序号说明：
- | | |
|-----------|---------------|
| 1——溶剂； | 6——对硝基氯苯； |
| 2——氯苯； | 7——邻硝基氯苯； |
| 3——对二氯苯； | 8——2,5-二氯硝基苯； |
| 4——硝基苯； | 9——2,4-二硝基氯苯。 |
| 5——间硝基氯苯； | |

图 1 邻硝基氯苯气相色谱示意图



- 标引序号说明：
- | | |
|----------|---------------|
| 1——溶剂； | 5——间硝基氯苯； |
| 2——氯苯； | 6——对硝基氯苯； |
| 3——对二氯苯； | 7——邻硝基氯苯； |
| 4——硝基苯； | 8——2,4-二硝基氯苯。 |

图 2 对硝基氯苯气相色谱示意图

7.4 水分的测定

称样量为 2.0 g~5.0 g(精确至 0.000 1 g),溶剂为 1 体积甲醇和 3 体积二氯甲烷的混合溶液。其他按 GB/T 2386—2014 中 3.4 规定的方法进行。

计算结果保留到小数点后两位。

水分两次平行测定值之差的绝对值应不大于 0.03%,取其算术平均值作为测定结果。

8 检验规则

8.1 检验分类

第 4 章规定的所有项目均为出厂检验项目。

8.2 出厂检验

产品应由生产厂的质量检验部门进行检验合格,附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的邻硝基氯苯、对硝基氯苯产品都符合本文件的要求。

8.3 复检

检验结果中有一项指标不符合本文件的要求,应重新自两倍量的包装中取样进行复检。复检结果有一项指标不符合本文件要求,则整批产品判定为不合格。

9 标志、标签、包装、运输和贮存

9.1 标志

产品的每个包装容器上都应按 GB 190 和 GB/T 191—2008 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、厂址;
- c) 生产日期;
- d) 生产许可证编号和标志;
- e) 净含量;
- f) 警示标志(毒性物质)。

9.2 标签

产品应有标签,标签上应注明产品生产日期、合格证明、本文件编号、批号和等级等。

标签的编写应符合 GB 15258 的规定。

9.3 包装

产品用清洁、干燥、坚固的 200 L 钢桶包装,每桶净含量 200 kg $\pm$ 2.0 kg。其他包装可与用户协商确定。产品的包装应符合 GB 12463 的有关规定。

9.4 运输

产品在运输过程中应防雨、防晒,搬运时应轻装轻卸,应防止包装及容器损坏。

9.5 贮存

产品的贮存应符合 GB 15603 的有关规定。应贮存于阴凉通风处,严防受潮,远离火源、热源。
