



中华人民共和国国家标准

GB/T 23673—2019
代替 GB/T 23673—2009

3,4-二氯苯胺

3,4-Dichloroaniline

2019-12-31 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 23673—2009《3,4-二氯苯胺》，与 GB/T 23673—2009 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 将“CAS RN”修改为“CAS No.”(见第 1 章,2009 年版的第 1 章)；
- 删除了分析实验室用水的规范性引用文件(见 2009 年版的第 2 章)；
- 更新了部分规范性引用文件(见第 2 章,2009 年版的第 2 章)；
- 删除了一等品产品规格(见第 3 章,2009 年版的第 3 章)；
- 修改了优等品的对氯苯胺含量指标(见第 3 章,2009 年版的第 3 章)；
- 修改了安全信息的描述(见 4.1,2009 年版的 4.1)；
- 修改了安全技术说明书包括的内容(见 4.2,2009 年版的 4.2)；
- 修改了外观评定方法(见 6.2,2009 年版的 6.2)；
- 修改了甲醇的质量规格(6.4.2,2009 年版的 6.4.2)；
- 增加的分析天平精度要求(见 6.4.3.5)；
- 增加了水分测定的称样量和测定结果的允许差(见 6.5)；
- 修改了包装净含量允许差规定(见 8.3,2009 年版的 8.2)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本标准起草单位：浙江林江化工股份有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、安徽东至广信农化有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人：蒲爱军、易克炎、黄中桂、薛岩、易苗、赵志敏、王明。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 23673—2009。

3,4-二氯苯胺

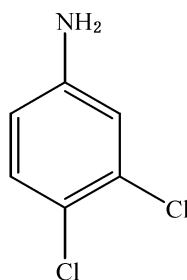
警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 3,4-二氯苯胺的要求、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 3,4-二氯苯胺产品的质量控制。

结构式:



分子式: $C_6H_5Cl_2N$

相对分子质量: 162.02 (按 2017 年国际相对原子质量)

CAS No.: 95-76-1

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 2384—2015 染料中间体 熔点范围测定通用方法

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 常用化学危险品贮存通则

GB/T 16483 化学品安全技术说明书 内容和项目顺序

3 要求

3,4-二氯苯胺的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 3,4-二氯苯胺质量要求

序号	项目	指标		试验方法章条号
		优等品	合格品	
1	外观	白色结晶	白色至浅灰色或黄色结晶	6.2
2	初熔点/℃	≥ 71.0	≥ 70.0	6.3
3	3,4-二氯苯胺的纯度/%	≥ 99.50	≥ 99.00	6.4
4	3,4-二氯硝基苯的含量/%	≤ 0.10	≤ 0.30	6.4
5	对氯苯胺的含量/%	≤ 0.10	≤ 0.50	6.4
6	水分质量分数/%	≤ 0.10	≤ 0.50	6.5

4 安全信息

4.1 安全要求

根据 GB 12268—2012,3,4-二氯苯胺(固态二氯苯胺)为 6.1 类毒性物质,危险品编号为 UN3442。3,4-二氯苯胺遇明火、高热能引起燃烧爆炸,极易经皮肤吸收造成危害,误食或吸入蒸气、粉尘会引起中毒。使用及搬运时应采取必要的防护措施,严格注意安全。

4.2 安全技术说明书

按 GB/T 16483 要求,该产品出厂应提供详细的安全技术说明书。

5 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,所采样品的包装应完好,采样时不应有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,所采样品总量应不少于 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、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。

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。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

在自然北昼光下采用目视评定。

6.3 初熔点的测定

按 GB/T 2384—2015 规定进行。

6.4 3,4-二氯苯胺纯度及有机杂质含量的测定

6.4.1 方法原理

采用气相色谱法,样品经毛细管柱分离,经氢火焰离子化检测器(FID)检测,用峰面积归一化法定量。

6.4.2 试剂和溶液

甲醇:色谱纯。

6.4.3 仪器设备

6.4.3.1 气相色谱仪:仪器稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中 6.3 规定,仪器灵敏度应符合 GB/T 9722—2006 中 6.4.2 的规定。

6.4.3.2 检测器:氢火焰离子化检测器(FID)。

6.4.3.3 毛细管色谱柱:长 30 m,内径 0.32 mm,膜厚 0.25 μ m,固定相:(5%苯基)-甲基聚硅氧烷,或能达到同等分离效果的其他毛细管柱。

6.4.3.4 微量注射器或自动进样器。

6.4.3.5 分析天平:精度为 0.1 mg。

6.4.3.6 色谱工作站或积分仪。

6.4.3.7 超声波发生器。

6.4.4 色谱分析条件

色谱操作条件如表 2 所示。可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件。

表 2 色谱操作条件

控制参数	操作条件
载气	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	氮气
补偿气流量/(mL/min)	20
分流比	10 : 1
进样量/ μ L	1.0
柱温(程序升温)	初始温度为 130 $^{\circ}$ C,保持 2 min,以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 280 $^{\circ}$ C,保持 5 min

6.4.5 试样溶液配制

称取试样约 0.3 g(精确至 0.001 g),置于 10 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,超声助溶,冷却至室温,摇匀备用。

6.4.6 测定步骤

开机预热,待仪器运行稳定后,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。

6.4.7 结果计算

3,4-二氯苯胺纯度及其有机杂质的含量 w_i ,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_i ——3,4-二氯苯胺及其有机杂质的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——3,4-二氯苯胺及其各有机杂质的峰面积数值的总和。

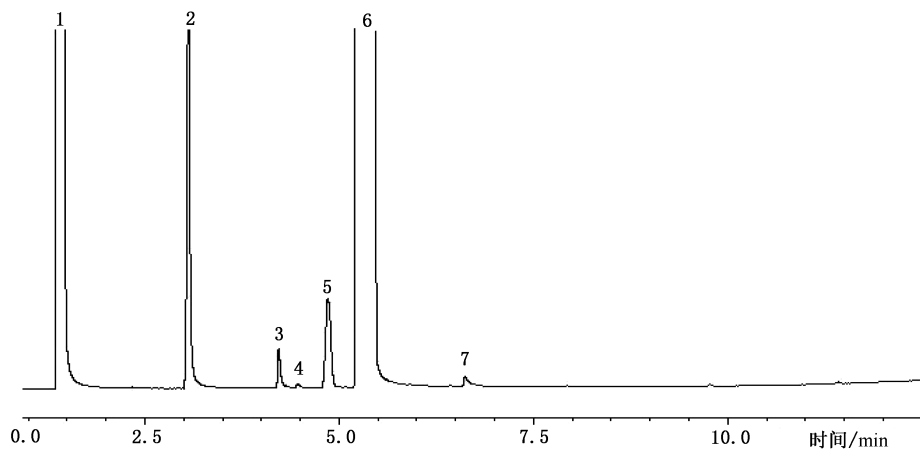
计算结果保留到小数点后两位。如结果小于 0.01%,则保留一位有效数字。

6.4.8 允许差

3,4-二氯苯胺纯度的两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.20%,各有机杂质含量两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.05%,取其算术平均值作为测定结果。

6.4.9 色谱图

3,4-二氯苯胺气相色谱示意图见图 1。



说明:

- 1——溶剂;
- 2——对氯苯胺;
- 3——4-硝基氯苯;
- 4——2,5-二氯苯胺;
- 5——3,4-二氯硝基苯;
- 6——3,4-二氯苯胺;
- 7——未知物。

图 1 3,4-二氯苯胺气相色谱示意图

6.5 水分的测定

按照 GB/T 2386—2014 中 3.4 的规定进行测定。

称取试样量约 2.0 g(精确至 0.000 1 g),用三氯甲烷和甲醇按体积比=3:1 配制的混合溶剂溶解。水分两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.05%(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

第 3 章表 1 中规定的全部项目均为出厂检验项目。

7.2 出厂检验

3,4-二氯苯胺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 3,4-二氯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,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,则整批产品不合格。

8 标志、标签、包装、运输和贮存

8.1 标志

3,4-二氯苯胺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、地址;
- c) 生产日期;
- d) 生产许可证编号;
- e) 净含量;
- f) 警示标志(毒性物质)。

8.2 标签

3,4-二氯苯胺产品应有标签,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 化学品安全标签编写规定。

8.3 包装

3,4-二氯苯胺用内衬塑料袋的聚丙烯编织袋包装,并密封。每袋净含量 40 kg $\pm$ 0.4 kg。产品包装应符合 GB 12463 及危险化学品包装的相关规定。

8.4 运输

3,4-二氯苯胺产品运输过程中应严格按照国家关于毒性货物的要求运输,避免发生泄露和中毒事故。

8.5 贮存

3,4-二氯苯胺是毒性物质,可燃烧,应按 GB 15603 及相关规定密闭贮存于阴凉干燥并具有良好通风的库房内,切勿暴晒和雨淋,不可与易燃物放在一起,并远离火源和热源。
