



中华人民共和国国家标准

GB/T 34707—2017

工业用邻氯甲苯

o-Chlorotoluene for industrial use

2017-11-01 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国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。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分会(SAC/TC 63/SC 2)归口。

本标准起草单位:江苏超跃化学有限公司、浙江巍华化工有限公司、浙江巍华新材料股份有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人:薛保安、陈静华、高昂、常绚超、任坚跃、李俊奇、马良。

工业用邻氯甲苯

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。

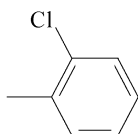
1 范围

本标准规定了工业用邻氯甲苯的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于甲苯经氯化蒸馏而制得的工业用邻氯甲苯。

分子式: C_7H_7Cl

结构式:



相对分子质量:126.59(按 2016 年国际相对原子质量)

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 包装储运图示标志

GB/T 6324.2 有机化工产品试验方法 第 2 部分:挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定

GB/T 6324.8 有机化工产品试验方法 第 8 部分:液体产品水分测定 卡尔·费休库仑电量法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

3.1 外观:无色透明液体,无可见机械杂质。

3.2 工业用邻氯甲苯应符合表 1 所示的技术指标。

表 1 技术指标

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
邻氯甲苯, $w/\%$	≥ 99.60	≥ 99.30	≥ 99.00
甲苯, $w/\%$	≤ 0.10	≤ 0.15	≤ 0.15
对氯甲苯, $w/\%$	≤ 0.30	≤ 0.50	≤ 0.80
水分, $w/\%$	≤ 0.05		
蒸发残渣, $w/\%$	≤ 0.02		

4 试验方法

4.1 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明要求时均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

4.2 外观的测定

取适量样品于无色透明比色管中,在自然光或日光灯下目视观察。

4.3 水分的测定

按 GB/T 6324.8 的规定进行。

取两次重复测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不超过平均值的 10%。

4.4 蒸发残渣的测定

按 GB/T 6324.2 的规定进行。

取两次重复测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不超过平均值的 10%。

4.5 邻氯甲苯、甲苯、对氯甲苯含量的测定

4.5.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,使试样气化后,通过手性色谱柱,使各组分得到分离,用氢火焰检测器检测,采用面积归一化法定量。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 氢气:体积分数不小于 99.99%,经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.5.2.2 氮气:体积分数不小于 99.99%,经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.5.2.3 空气:经硅胶和分子筛干燥、净化。

4.5.2.4 丙酮。

4.5.3 仪器

4.5.3.1 气相色谱仪:配有分流装置及氢火焰检测器,整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定,该气相色谱仪应具有足够的线性范围,能满足色谱分离要求。

- 4.5.3.2 色谱工作站或数据处理机。
- 4.5.3.3 微量注射器:1 μL 或 10 μL。
- 4.5.4 色谱柱及典型操作条件

本标准所推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2。典型色谱图和各组分的保留时间见附录 A。其他能达到同等分离效果,即任意两相邻峰分离度均不小于 1.5 的色谱柱及操作条件均可使用。

表 2 色谱柱及典型操作条件

色谱柱	手性色谱柱 CyclodexB
柱长×柱内径×膜厚	30 m×0.32 mm×0.25 μm
柱温/℃	105
汽化室温度/℃	180
检测器温度/℃	180
载气	氮气
载气流量/(mL/min)	2
氢气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	300
分流比	130 : 1
进样量/μL	0.2

4.5.5 分析步骤

色谱仪开启后,按表 2 色谱操作条件或其他合适的条件进行调节,待仪器稳定后,进行样品的测定,用色谱数据处理机或工作站记录各组分的峰面积计算结果。

4.5.6 结果计算

邻氯甲苯、甲苯、对氯甲苯的质量分数 w_i ,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times (100\% - w')$$
.....(1)

式中:
 A_i —— i 组分对应的峰面积;
 $\sum A_i$ ——各组分峰面积的总和;
 w' ——试样中水分的质量分数, %。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果,邻氯甲苯项目两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.1%,其余项目两次平行测定结果之差不超过平均值的 20%。

5 检验规则

5.1 第 3 章所列的全部项目均为型式检验项目,其中外观、邻氯甲苯、对氯甲苯、甲苯、水分为出厂检验项目。在正常情况下,每三个月至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 新产品投产鉴定时;
- b) 原材料、工艺、设备有较大改变,可能影响产品性能时;

- c) 停产较长时间,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异。

5.2 原材料、生产工艺不变的条件下,产品连续生产的实际批次为一批,但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过 1 d。

5.3 按 GB/T 6678、GB/T 6680 中的规定确定采样单元数和采样方法。所采试样总量不得少于 1 L。将样品混合均匀后分别装于两个清洁、干燥的试剂瓶中,贴上标签并注明:产品名称、批号、采样日期、采样人姓名。一瓶供分析检验用,另一瓶保存备查。

5.4 检验结果的判定采用 GB/T 8170 修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,则应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品应做降等或不合格处理。

6 标识、包装、运输、贮存

6.1 标识

6.1.1 工业用邻氯甲苯包装容器上应有清晰、明显、牢固的标识,其内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 厂址;
- c) 产品名称;
- d) 生产日期或批号;
- e) 净含量;
- f) 质量等级;
- g) GB 190 规定的“易燃液体”标志¹⁾;
- h) 桶装容器还应有 GB/T 191 规定的“向上”标志。

6.1.2 每批出厂的工业用邻氯甲苯都应附有一定格式的质量证明书,内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称;
- c) 批号或生产日期;
- d) 产品质量检验结果或检验结论;
- e) 本标准编号。

6.2 包装

工业用邻氯甲苯产品装于适合本产品特性的内塑铁桶、塑料桶或槽罐中,包装容器清洁、干燥,螺口应用聚乙烯密封圈进行密封,以免漏损、污损桶体。

6.3 运输

运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏;运输途中应严防日晒雨淋;搬运时应轻装轻卸,防止包装及容器损坏。在运输和装卸过程中按照危险货物运输的有关规定进行。

6.4 贮存

工业用邻氯甲苯产品应贮存于阴凉、干燥、通风、库温 35℃ 以下的仓库内,远离火种、热源、氧化剂。在贮运过程中防止撞击,雨淋和日光曝晒。

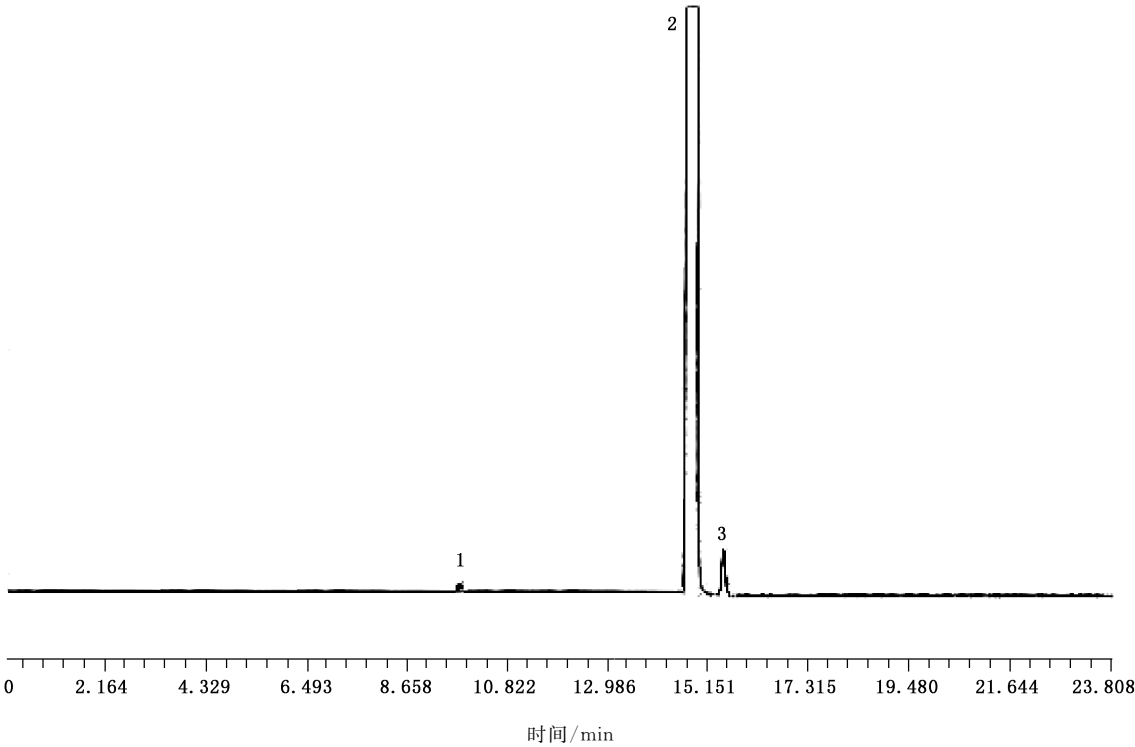
1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

附 录 A
(规范性附录)

邻氯甲苯含量测定的典型色谱图和各组分的保留时间

A.1 邻氯甲苯含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



说明：
1——甲苯；
2——邻氯甲苯；
3——对氯甲苯。

图 A.1 工业用邻氯甲苯纯度分析典型色谱图

A.2 各组分的保留时间

各组分的保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分保留时间

峰序号	组分名称	保留时间/min
1	甲苯	9.642
2	邻氯甲苯	14.717
3	对氯甲苯	15.517

附 录 B
(资料性附录)
安 全

B.1 危险警告

工业用邻氯甲苯常温下是无色透明液体,吸入、摄入或经皮肤吸收对身体有害。工业用邻氯甲苯闪点 47℃,其蒸气与空气可形成爆炸性混合物,爆炸极限 1.0%~12.6%,遇明火、高热可导致燃烧或爆炸,与氧化剂可发生反应。

B.2 安全措施

密闭操作,局部排风。使用防爆型的通风系统和设备。防止蒸气泄漏到工作场所空气中。避免与氧化剂接触。

灭火方法:佩戴防毒面具、穿全身消防服,在上风向灭火。尽可能将容器从火场移至空旷处。喷水保持火场容器冷却,直至灭火结束。灭火剂:雾状水、泡沫、干粉、二氧化碳、砂土。
