



中华人民共和国国家标准

GB/T 25784—2010

2,4,6-三硝基苯酚(苦味酸)

2,4,6-Trinitrophenol (Picric acid)

2010-12-23 发布

2011-10-01 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/TC 134)归口。

本标准起草单位:大连染料化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:马有新、张秋玲、于敏、沈日炯。

2,4,6-三硝基苯酚(苦味酸)

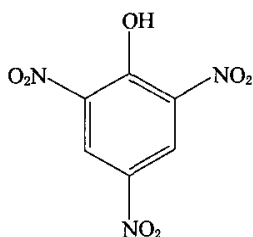
警告——使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 2,4,6-三硝基苯酚(苦味酸)的要求、采样、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存、以及安全和技术说明书。

本标准适用于 2,4,6-三硝基苯酚的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_6H_3N_3O_7$

相对分子质量: 229.11(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 88-89-1

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(GB/T 191—2008,ISO 780:1997,MOD)

GB/T 2385—2007 染料中间体 结晶点的测定通用方法

GB/T 2386—2006 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 12268—2005 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 常用化学危险品贮存通则

GB 16483 化学品安全技术说明书编写规定

3 要求

2,4,6-三硝基苯酚的质量应符合表 1 的规定。

表 1 2,4,6-三硝基苯酚的质量要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
(1) 外观	黄色粒状结晶	
(2) 干品结晶点/℃	≥ 120.0	119.0
(3) 水分的质量分数/%	10.0~20.0	10.0~20.0
(4) 硫酸根离子的质量分数/%	≤ 0.5	1.0
(5) 硝酸含量	不显色	不显色
(6) 水不溶物的质量分数/%	≤ 0.1	0.2
(7) 灰分的质量分数/%	≤ 0.2	0.2

4 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,所采样品总量不得少于 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、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。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。

5.2 外观评定

在自然光线下采用目视评定。

5.3 干品结晶点的测定

取一定量的试样置于表面皿上,将盛有试样的表面皿移入温度为 80℃~90℃ 的恒温干燥箱内,烘干 1 h,然后置于长约 150 mm,直径 20 mm 玻璃试管中,于 140℃~150℃ 空气浴中,加热融化后(熔融试样约占试管的三分之二),按 GB/T 2385—2007 的规定进行。

5.4 水分含量的测定

按照 GB/T 2386—2006 中的 3.2“烘干法”进行。称取试样 2 g~5 g(精确至 0.000 2 g),烘干温度 80℃~90℃,烘干至恒量。

5.5 硫酸根离子含量的测定

5.5.1 原理

将试样用沸水完全溶解,用快速定性滤纸过滤,将滤液调至弱酸性,加入氯化钡溶液生成硫酸钡沉淀,沉淀经过滤、洗涤、烘干、称量,计算硫酸根离子含量。

5.5.2 试剂和溶液

- a) 盐酸;
- b) 氯化钡溶液:100 g/L。

5.5.3 仪器设备

- a) 玻璃砂芯漏斗:G4;
- b) 吸滤瓶:500 mL。

5.5.4 分析步骤

准确称取试样约 10 g(精确至 0.000 2 g),溶于 250 mL 沸水中,再继续煮沸 10 min,趁热用快速定性滤纸过滤。烧杯、滤纸用 50 mL 热水洗,滤液加盐酸 1 mL,然后加热至近沸,在搅拌下迅速往此溶液中加入氯化钡溶液 15 mL,静置 4 h 后,待沉淀完全,用已恒量的 G4 玻璃砂芯漏斗进行热过滤,并用热水充分洗涤沉淀物,然后置于恒温干燥箱中于 100 ℃~105 ℃,烘至恒量。

5.5.5 结果计算

硫酸根离子以质量分数 w_1 计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{0.411\ 4 \times (m_1 - m_2)}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂芯漏斗和不溶物恒量后质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂芯漏斗恒量后质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——试样质量的数值,单位为克(g);

0.411 4——硫酸钡换算为硫酸根的系数。

5.5.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.05%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.6 硝酸含量的测定

5.6.1 原理

二苯胺被氧化后呈现蓝绿色。

5.6.2 试剂和溶液

a) 硫酸;

b) 二苯胺溶液:1 g 二苯胺溶于 100 mL 硫酸中。

5.6.3 分析步骤

准确称取试样 1 g(精确至 0.000 2 g),加入 30 mL 水,充分搅拌,加入 2 mL 二苯胺溶液不呈现蓝绿色即为合格。

5.7 水不溶物含量的测定

5.7.1 原理

将试样完全溶于热水,用玻璃砂芯漏斗抽滤,不溶物经干燥恒量,测定水不溶物含量。

5.7.2 仪器设备

a) 玻璃砂芯漏斗:G4;

b) 吸滤瓶:500 mL。

5.7.3 分析步骤

准确称取试样约 10 g(精确至 0.000 2 g),溶于 300 mL 沸水中,再继续煮沸 10 min,趁热用已恒量的 G4 玻璃砂芯漏斗进行热过滤,再用热水洗至无酸性,然后置于恒温干燥箱中于 100 ℃~105 ℃,烘至恒量。

5.7.4 结果计算

水不溶物以质量分数 w_2 计,数值用%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_4 - m_5}{m_6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_4 ——玻璃砂芯漏斗和不溶物恒量后质量的数值,单位为克(g);

m_5 ——玻璃砂芯漏斗恒量后质量的数值,单位为克(g);

m_6 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.7.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.02% (质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

5.8 灰分的测定

5.8.1 原理

在电炉上缓慢将试样烧尽, 炭化残渣, 然后在高温电炉中于 700 °C 下灼烧, 冷却称量。

5.8.2 试剂

- a) 硝酸;
- b) 硫酸。

5.8.3 仪器设备

- a) 瓷坩埚: 50 mL;
- b) 高温电炉: 能控制温度在 700 °C。

5.8.4 分析步骤

准确称取试样约 2 g (精确至 0.000 2 g), 置于 700 °C 预先恒量的瓷坩埚中, 用硫酸湿润后, 加热烧尽炭化残渣, 加几滴硝酸和硫酸, 待消解完全后, 在密切注视下蒸发, 将瓷坩埚移入高温电炉内, 于 700 °C 灼烧至恒量。

5.8.5 结果计算

灰分以质量分数 w_3 计, 数值用 % 表示, 按式 (3) 计算:

$$w_3 = \frac{m_7 - m_8}{m_9} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m_7 ——瓷坩埚和残余物恒量后质量的数值, 单位为克 (g);
- m_8 ——瓷坩埚恒量质量的数值, 单位为克 (g);
- m_9 ——试样质量的数值, 单位为克 (g)。

5.8.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.02% (质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的全部项目均为型式检验项目, 其中 (1)、(2)、(3) 项目为出厂检验项目, 应逐批进行检验。在正常连续生产情况下, 每个月至少进行一次型式检验。但如有下述情况需进行型式检验:

- a) 新产品最初定型时;
- b) 产品异地生产时;
- c) 生产配方、工艺及原材料有较大改变时;
- d) 停产三个月后又恢复生产时;
- e) 客户要求时。

6.2 出厂检验

2,4,6-三硝基苯酚应由生产厂的质量检验部门根据本标准的要求检验合格, 附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

6.3 复检

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, 则整批产品为不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志、标签

2,4,6-三硝基苯酚的每个包装上都应按 GB 190 和 GB/T 191 中的有关规定涂上牢固、清晰的易燃易爆物品标志和相关的安全储运标志,并注明:产品名称规格、注册商标、净含量、产品生产许可证编号(如适用)及标志、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放入包装桶内的塑料袋外面。并应符合 GB 15258 化学品安全标签编写规定。

7.2 包装

本产品采用纸板桶或大木箱等包装,内衬双层聚乙烯袋双扎口,每箱折干品含量 25 kg。包装要严密,无泄露,经常检查是否有渗漏水情况,包装破损时要及时处理,含水量不足时应立即添加。产品包装应符合 GB 12463 及危险化学品包装的相关规定。

7.3 运输

本产品应按危险化学品运输要求进行运输。运输过程应防止曝晒、雨淋、受潮、并保持包装完整,标志清晰。应轻拿轻放,防止压坏和碰破包装物,严禁拖、拉、摔和撞,不得混运。

7.4 贮存

本产品应按 GB 15603 及相关规定贮存于阴凉通风的仓库内,最高仓温不宜超过 30℃,防止水分蒸发形成干品造成危险,防止与爆炸物或金属粉末接触,远离火源,不得混贮。

8 安全、安全技术说明书

8.1 安全

根据 GB 12268—2005 2,4,6-三硝基苯酚危险品编号为(UN:0154;CN:11057),属于第一类爆炸品。遇明火易引起爆炸,遇金属粉末增加危险性或有爆炸危险,触及皮肤易经皮肤吸收。使用及搬运时,应严格注意安全。

8.2 安全技术说明书

按 GB 16483 化学品安全技术说明书编写规定,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。
-