

ICS 71.100.01
G 56

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3602—1999

邻 二 氯 苯

o-Dicholoro benzene

1999-04-20 发布

2000-04-01 实施

国家石油和化学工业局 发布

前 言

本标准是等效采用日本工业标准 **JIS K 4102—1995** 《氯化苯类》制定的。测定邻二氯苯含量及有机杂质含量采用了气相色谱法,测定水分采用了卡尔·费休法。检验项目与技术指标是根据国内外用户需要和国内生产的实际情况确定的;

本标准与日本工业标准 **JIS K 4102—1995** 的差异如下:

——本标准采用的固定液为聚乙二醇 **20M(PFG-20M)**;载体为 $149\sim 177\ \mu\text{m}$ 的 **6201** 红色载体;而日本工业标准 **JIS K 4102—1995** 中使用的固定液为烷撑苯二甲酸乙二醇酯(**THERMOR 1000**),载体为 **Chromosorb W-HP** $149\sim 177\ \mu\text{m}$ 。

——日本工业标准 **JIS K 4102—1995** 设“不挥发分”项目和指标。因该项指标对邻二氯苯质量影响不大,且“不挥发分”项目分析时间长,操作过程复杂,因此在本标准中未列此项目。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会技术归口。

本标准起草单位:沈阳化工研究院、洛阳市东化实业总公司、山东省农药工业股份有限公司。

本标准主要起草人:李春梅、丁聚波、腾军。

邻 二 氯 苯

HG/T 3602—1999

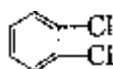
o-Dichloro benzene

1 范围

本标准规定了邻二氯苯的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存等要求。

本标准适用于苯氯化而制得的邻二氯苯,该产品主要用于染料、农药、医药工业中。

结构式:



分子式: $C_6H_4Cl_2$

相对分子质量:147.01(按 1995 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 191—90 包装储运图示标志

GB/T 611—88 化学试剂 密度测定通用方法

GB/T 1250—89 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696 : 1987)

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

邻二氯苯的质量应符合表 1 的要求。

表 1 邻二氯苯的质量要求

项 目	指 标		
	优 等 品	一 等 品	合 格 品
外 观	无色透明液体		
密度(20℃),g/mL	1.300~1.330		
邻二氯苯含量,% $\geq$	99.0	95.0	80.0
低沸物含量,% $\leq$	0.1	0.2	0.5
间二氯苯含量,% $\leq$	0.2	0.5	1.0
对二氯苯含量,% $\leq$	0.5	3.5	6.0
高沸物含量,% $\leq$	0.2	2.0	15.0
水分含量,% $\leq$	0.03	0.03	0.05
酸度(以 H_2SO_4 计),% $\leq$	0.001	0.001	0.001

4 采样

从每批(以均匀产品为一批)产品中,按每批产品的 10% 采样,小批量时不得少于 3 桶。采样时用玻璃管探取包括上、中、下三部分的样品,采样总量不得少于 200 mL,将采取的样品混合均匀后,分装于两个清洁干燥带磨口塞的细口瓶中。瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、等级、批号和采样日期,一瓶供检验,一瓶用石蜡密封,保存被查。

5 试验方法

除另有说明,本标准所用试剂均指分析纯试剂;水应符合 GB/T 6682 中三级水规格。检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。

5.1 外观

采用目视测定。

5.2 密度的测定

按 GB/T 611 规定的密度瓶法(仲裁法)或相对密度计法进行测定。

5.3 邻二氯苯含量及其有机杂质含量的测定

5.3.1 方法提要

采用气相色谱法,在填充气相色谱柱上,分离邻二氯苯及有机杂质组分,经氢火焰离子化检测器(FID)检测,采用峰面积归一化法定量。

5.3.2 仪器、装置

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:氢火焰离子化检测器 FID;

数据处理机:满量程 10 mV,响应时间 1 s 的记录器或具有此功能的数据处理机;

色谱柱:内径 3.2~3.5 mm,长 2m 玻璃柱或不锈钢柱;

微量注射器:10 μL 。

5.3.3 色谱柱的制备

5.3.3.1 填充物

载体:6201 红色硅藻土 177~250 μm (80~60 目);

固定液:聚乙二醇 20 M(最高使用温度 250℃);

溶剂:三氯甲烷;

涂渍度:固定液/载体=15/100。

5.3.3.2 固定液的涂渍

称取 0.1 g 氢氧化钾于 100 mL 烧杯中,加入相当于 20 g 载体体积的甲醇,搅拌使氢氧化钾完全溶解,再将 20 g 载体徐徐倾入,使完全浸润(大约 2h)溶解均匀。将烧杯置于通风橱内,在红外灯下,使溶剂缓慢挥发至干。然后移至 90~100℃烘箱干燥约 30 min,取出备用。

称取 3.0 g 聚乙二醇 20 M 于 100 mL 烧杯中,加入相当于 20 g 载体体积的三氯甲烷,搅拌使其完全溶解,徐徐倾入经碱处理的载体,使完全浸润(大约 30 min)。将烧杯置于通风橱内,在红外灯下,使溶剂缓慢挥发至干(应经常拍打烧杯,使之涂渍均匀)。然后移至 90~100℃烘箱中干燥约 30 min,取出备用。

5.3.3.3 固定相的填充

将色谱柱接检测器一端塞上玻璃棉,包上纱布,接真空泵,另一端接一漏斗,在真空下徐徐倾入干燥好的固定相,轻敲色谱柱,使填充均匀紧密。装满后,继续轻敲 5~10 min,将填充好的色谱柱塞上玻璃棉,备老化。

5.3.3.4 色谱柱的老化

将填充好的色谱柱装入色谱仪的柱箱中,柱后不接检测器,在流量为 5~10 mL/min 下通氮气,在 180℃下老化 8~10 h。

5.3.4 色谱条件(可根据不同仪器,选择最佳操作条件)

柱温:140℃;

汽化温度:270℃;

检测温度:270℃;

载气流量(N₂):50 mL/min;

燃烧气流量(H₂):50 mL/min;

助燃气流量(O₂):500 mL/min;

纸速:3 mm/min;

定量方法:峰面积归一法;

分辨率:≥1.0。

5.3.5 标准储备液的配制及校正因子的测定

5.3.5.1 试剂和材料

三氯甲烷;

邻二氯苯:纯度≥99.5%;

对二氯苯;

间二氯苯;

氯苯。

5.3.5.2 校准储备液的配制

按表 2 要求准确称取各种试剂(精确至 0.000 2g)于清洁干燥的容量瓶中,用三氯甲烷溶解,并稀释至刻度。校准储备液的使用期为三个月。

表 2 校准储备液的配制

标 号	A	B	C	D
试剂名称	氯苯	对二氯苯	间二氯苯	邻二氯苯
称样量,g	0.1	0.3	0.2	5.0
稀释后体积,mL	25.0	25.0	25.0	50.0

5.3.5.3 校准混合液的配制

在五个已编号的 10 mL 棕色容量瓶中,分别按表 3 配制,得 1、2、3、4、5 号混合液。校准混合液的使用

用期限为一个月。

表 3 校准混合溶液配制

mL

序 号 单一校准溶液	1	2	3	4	5
A 液(氯苯)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
B 液(对二氯苯)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
C 液(间二氯苯)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
D 液(邻二氯苯)	4.9	4.8	4.7	4.6	4.5
加三氯甲烷稀释总体积	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0

5.3.5.4 校正因子的测定与计算

在选定的色谱条件下,分别进校准混合溶液 1 μL ,待各组分出峰完毕后,根据各组分峰面积分别计算出氯苯、对二氯苯、间二氯苯的校正因子。间二氯苯前出的峰为低沸物,校正因子按间二氯苯计算;邻二氯苯后出的峰为高沸物,校正因子按邻二氯苯计算。

各组分校正因子 f_i 按式(1)计算

$$f_i = \frac{A_0 W_i}{A_i W_0} \dots\dots\dots (1)$$

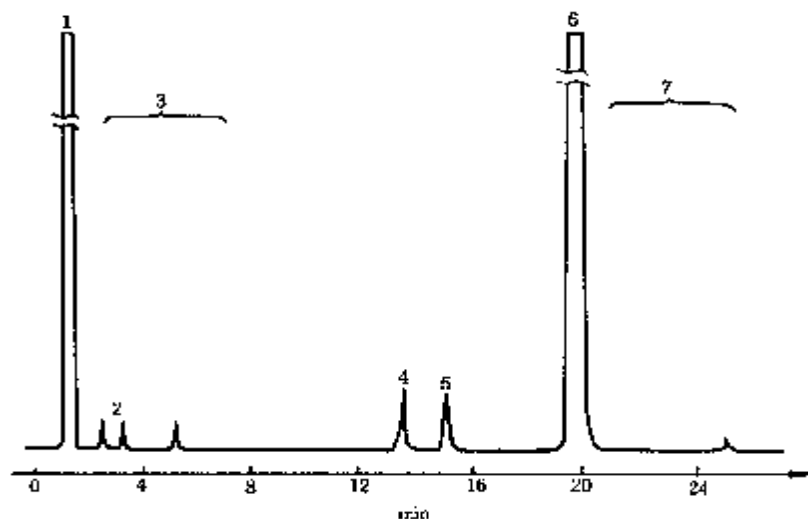
式中: A_0 ——邻二氯苯的峰面积, mm^2 ;

A_i ——组分 i 的峰面积, mm^2 ;

W_0 ——邻二氯苯的质量, g ;

W_i ——组分 i 的质量, g 。

5.3.5.5 色谱图



1—溶剂;2—氯苯;3—低沸物;4—间二氯苯;5—对二氯苯;6—邻二氯苯;7—高沸物

图 1 邻二氯苯气相色谱图

5.3.6 分析步骤

称取邻二氯苯工业品 2 g (精确至 0.01 g) 于 10 mL 棕色容量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,在选定的色谱条件下进样 1~2 μL ,待各组分出峰完毕后,根据各组分峰面积和相对校正因子按式(2)计算各组分的质量百分含量 X_i 。

$$X_i = \frac{f_i A_i}{\sum (f_i A_i)} \times (100 - W) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： f_i ——组分 i 的校正因子；

A_i ——组分 i 的峰面积， mm^2 ；

W ——水分含量，%。

纯度两次平行测定结果之差不大于 0.2%；各有机杂质含量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。

5.4 水分含量的测定

按 GB/T 13753 的规定进行。

5.5 酸度的测定

5.5.1 试剂和溶液

刚果红指示液：1 g/L 水溶液。

5.5.2 测定步骤

用移液管吸取 20 mL 试样于 250 mL 带磨口塞的锥形瓶中，加入新煮沸并冷却的蒸馏水 50 mL，经强烈振荡 3 min 静止分层后，再加入刚果红指示液 2 滴，上层液不变蓝为合格，即含酸（以 H_2SO_4 计）在 0.001% 以下。

6 检验规则

6.1 检验分类

表中所规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 生产厂检验

邻二氯苯应由生产厂的质检部门根据本标准的要求进行检验，生产厂应保证所有出厂产品都符合本标准的要求。每批出厂产品都应附有一定格式的质量证明书。

6.3 用户验收

使用单位有权按照本标准的各项规定对收到的邻二氯苯进行检验，检验其是否符合本标准的要求。

6.4 复验

如检验结果中有一项指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复检。复检结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批产品不能验收。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志

邻二氯苯包装桶上应有清晰的标志，注明生产厂名称、厂址、产品名称、商标、批号、等级、毛重、净重和生产日期，并按 GB 190 和 GB 191 的要求，注明“有毒”字样和图示。

7.2 标签

每批包装好的产品都应附有一定格式的标签，内容包括生产厂名称、厂址、产品名称、批号、等级、净重、生产日期、产品质量符合本标准要求的证明和本标准编号。

7.3 包装

邻二氯苯用铁桶包装，每桶净重 25 kg 和 50 kg。用户若需要其他包装可协商确定。

7.4 运输

运输中应防止曝晒、碰撞和雨淋。

7.5 贮存

产品应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内。