

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

邻硝基苯酚

o-Nitrophenol

(报批稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

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。

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：安徽八一化工股份有限公司、辽宁世星药化有限公司、江苏隆昌化工有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料质量检验检测中心。

本文件主要起草人：杨保德、王明、王文勇、张剑宇、董如胜、杨杰民、张旭钊。

邻硝基苯酚

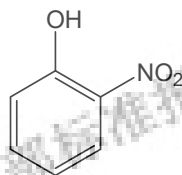
警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了邻硝基苯酚的要求、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苯酚产品的质量控制。

结构式：



分子式： $C_6H_5NO_3$

相对分子质量：139.11（按2019年国际相对原子质量）

CAS No.：88-75-5

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 包装储运图示标志
- GB/T 2381-2013 染料及染料中间体 不溶物质含量测定
- GB/T 2385-2007 染料中间体 结晶点的测定通用方法
- 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 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法
- 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
- GB 20814 染料产品中重金属元素的限量及测定
- GB/T 21876-2015 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

邻硝基苯酚的质量要求应符合表1的规定。

表 1 邻硝基苯酚的质量要求

序号	项 目	指 标	试验方法章条号
1	外 观	黄色至褐色结晶	7.2
2	干品结晶点/℃	43.0~45.0	7.3
3	邻硝基苯酚纯度/%	≥99.00	7.4
4	邻氯苯酚含量/%	≤0.50	7.4
5	邻硝基氯苯含量/%	≤0.10	7.4
6	对硝基苯酚含量/%	≤0.40	7.4
7	水分质量分数/%	≤0.50	7.5
8	灰分质量分数/%	≤0.30	7.6
9	铁离子含量/(mg/kg)	≤10	7.7
10	二甲苯不溶物质量分数/%	≤0.20	7.8

5 安全信息

5.1 安全要求

根据GB 12268-2012, 邻氨基苯酚为6.1类毒性物质, 危险品编号为UN: 1663。吸入、皮肤接触及吞食有害, 避免与氧化剂、还原剂、碱类接触, 搬运时应严格注意安全。

5.2 安全技术说明书

按GB/T 16483, 该产品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。采样时用探管采取包括上、中、下三部分的样品, 所采样品总量不应少于200g, 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和GB/T 6682-2008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。

7.2 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

7.3 干品结晶点的测定

干燥剂为4Å分子筛或5Å分子筛, 其他按照GB/T 2385-2007规定的方法进行测定。

7.4 邻硝基苯酚的纯度及其有机杂质含量的测定

7.4.1 方法提要

采用毛细管柱气相色谱法分离邻硝基苯酚及其有机杂质，经氢火焰离子化检测器（FID）检测，邻硝基苯酚纯度及有机杂质含量采用峰面积归一化法定量。

7.4.2 仪器设备

7.4.2.1 气相色谱仪：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 中 6.4.2 的规定。

7.4.2.2 毛细管色谱柱：长 30m，内径 0.32mm，膜厚 0.25 μm。固定相：5%苯基-95%甲基聚硅氧烷。如 DB-5 或能达到同等分离效果的其他毛细管柱。

7.4.2.3 检测器：氢火焰离子化检测器（FID）。

7.4.2.4 电子天平：精度为 0.1mg。

7.4.2.5 微量注射器或自动进样器。

7.4.2.6 色谱工作站或积分仪。

7.4.3 气相色谱操作条件

邻硝基苯酚气相色谱操作条件如表2所示。

表2 气相色谱操作条件

控制参数	操作条件
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/μL	1.0
柱温(程序升温)	初始温度为120℃，保持2min，以15℃/min升温至230℃，保持10min。

7.4.4 试样溶液配制

称取邻硝基苯酚试样约0.2g（准确至0.0001g）于10 mL容量瓶中，加入甲醇溶解，超声助溶，冷却至室温后用甲醇定容，摇匀，为试样溶液。

7.4.5 测定步骤

可根据仪器设备不同，选择最佳分析条件。开机预热，待仪器运行稳定后，用微量注射器或自动进样器进试样溶液，待出峰完毕后（见图1），用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

7.4.6 结果计算

邻硝基苯酚纯度及其有机杂质含量以 w_i 计，按式（1）计算：

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

式中：

A_i —邻硝基苯酚及其有机杂质的峰面积数值；

$\sum A_i$ —邻硝基苯酚及各有机杂质的峰面积数值的总和。

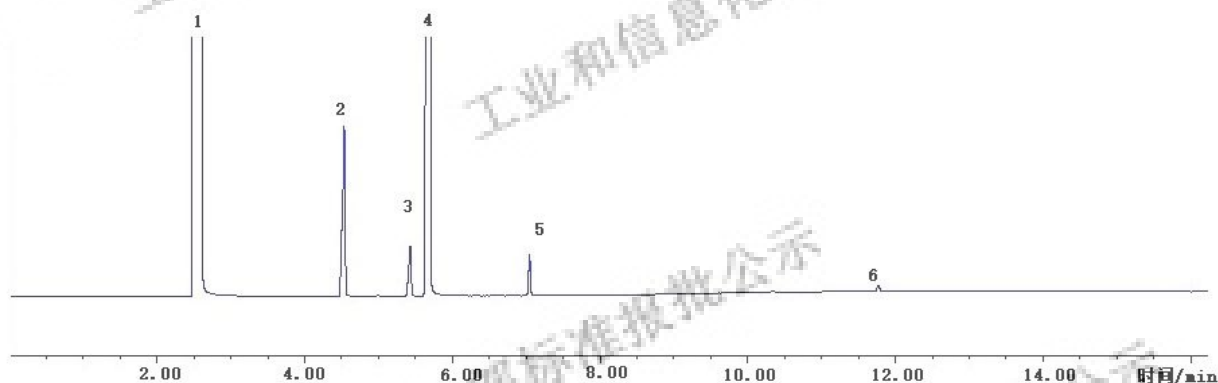
计算结果保留到小数点后两位。如结果小于0.01%，则保留一位有效数字。

7.4.7 允许差

邻硝基苯酚纯度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。

7.4.8 色谱示意图

邻硝基苯酚气相色谱示意图见图1。



标引序号说明：

- 1——溶剂；
- 2——邻氯苯酚；
- 3——硝基苯；
- 4——邻硝基苯酚；
- 5——邻硝基氯苯；
- 6——对硝基苯酚。

图1 邻硝基苯酚气相色谱示意图

7.5 水分质量分数的测定

称取试样约2.0g。样品溶剂为1体积甲醇和3体积三氯甲烷混合溶液。其他按照GB/T 2386-2014中3.4的规定进行测定。

计算结果保留到小数点后两位。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.05%（质量分数），取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

7.6 灰分质量分数的测定

称取试样质量为2.0g~2.5g，灼烧温度为 $(700 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。其他按照GB/T 21876-2015中的有关规定进行测定。

邻硝基苯酚灰分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。

7.7 铁含量的测定

在灰分测定(7.6)后的坩埚中加入2mL盐酸溶液(盐酸与水的体积比为1:1)，浸泡1min后转入25mL容量瓶中，再用蒸馏水洗涤数次，一并倒入容量瓶中，用水定容。

其他按GB 20814规定进行测定。

7.8 二甲苯不溶物质量分数的测定

称取邻硝基苯酚试样2.0g，在室温下加入100mL二甲苯溶解。其他按照GB/T 2381-2013规定进行测定。

8 检验规则

8.1 检验分类

本文件第4章表1中规定的所有项目均为型式检验项目。其中1~8为出厂检验项目，应逐批进行检验。在正常连续生产情况下，每半年进行一次型式检验。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变动时；
- d) 停产三个月后又恢复生产时；
- e) 客户提出要求时。

8.2 出厂检验

邻硝基苯酚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苯酚产品均符合本文件的要求。

8.3 复检

如果检验结果中有一项指标不符合本文件的规定时，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文件的要求，则整批产品不合格。

9 标志、标签、包装、运输和贮存

9.1 标志

邻硝基苯酚的每个包装容器上都应按GB 190和GB/T 191中的有关规定涂上牢固、清晰的“毒性物质”字样和标志，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) 净含量；
- e) 警示标志（毒性物质）；
- f) 生产许可证编号(如适用)。

9.2 标签

邻硝基苯酚产品应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号和批号。标签的编写应符合GB 15258的规定。

9.3 包装

邻硝基苯酚产品采用两层牛皮纸袋、纤维纸板桶（内衬聚乙烯塑料袋）、铁桶（内衬聚乙烯塑料袋）或编织袋（内衬聚乙烯塑料袋）包装，每袋净含量 $25\text{kg}\pm 0.25\text{kg}$ 。其它包装可与用户协商确定。产品包装应符合GB 12463及危险化学品包装的相关规定。

9.4 运输

邻硝基苯酚运输前应先检查包装是否完整、密封。搬运时应带橡胶手套等防护用品，避免与眼睛、皮肤直接接触，防止由口鼻吸入。产品在运输过程中应小心轻放，防火、防晒、防潮、防雨、放高温，不应损坏包装。

9.5 贮存

邻硝基苯酚产品遇明火、高热可燃，应贮存于阴凉、干燥、通风的库房内，并远离火源和热源，同时应与氧化剂、酸类、食用化工原料分开存放。贮存应符合GB 15603及相关规定。