



中华人民共和国国家标准

GB/T 4840—2016
代替 GB/T 4840—2007

硝基苯胺类

Nitroanilines

2016-10-13 发布

2017-05-01 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。

本标准代替 GB/T 4840—2007《硝基苯胺类》，与 GB/T 4840—2007 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 删除了产品用途(见第 1 章,2007 年版的第 1 章)；
- 增加了 CAS RN(见第 1 章)；
- 修改了对硝基苯胺干品纯度指标、修改了邻硝基苯胺优等品纯度指标、增加了间硝基苯胺纯度指标(见第 3 章,2007 年版的第 3 章)；
- 增加了安全信息(见第 4 章)；
- 修改了外观评定方法(见 6.2,2007 年版的 5.2)；
- 修改了气相色谱操作条件(见 6.5,2007 年版的 5.5)；
- 修改了气相色谱定量方法(见 6.5,2007 年版的 5.5)；
- 增加了危险化学品在标签、包装和贮存上的要求(见 8.2、8.3、8.5)。

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：安徽八一化工股份有限公司、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：沈日炯、杨宝德、季浩、姬兰琴。

本标准代替了 GB/T 4840—2007。

GB/T 4840—2007 的历次版本发布情况为：

- GB 4840—1984、GB/T 4840.1—1999；
- GB/T 4840.2—1999；
- GB/T 4840.3—1999。

硝基苯胺类

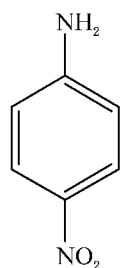
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

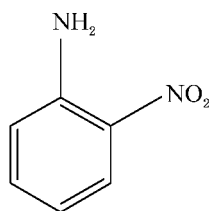
本标准规定了对硝基苯胺、邻硝基苯胺、间硝基苯胺的要求、安全信息、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于对硝基苯胺、邻硝基苯胺、间硝基苯胺的产品质量控制。

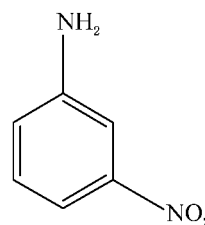
结构式:



对硝基苯胺



邻硝基苯胺



间硝基苯胺

分子式: $C_6H_6N_2O_2$

相对分子质量: 138.13 (按 2013 年国际相对原子质量)

CAS RN: 对硝基苯胺: 100-01-6

邻硝基苯胺: 88-74-4

间硝基苯胺: 99-09-2

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 2384 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 6682 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

3 要求

对硝基苯胺、邻硝基苯胺、间硝基苯胺的质量应分别符合表 1、表 2、表 3 的要求。

表 1 对硝基苯胺的质量要求

序号	项 目	指 标		试验方法 章条号
		干品	潮品	
1	外观	黄色至黄棕色结晶		6.2
2	干品初熔点/℃	≥147.0	≥146.5	6.3
3	总氨基值/%	—	≥90.0	6.4
4	对硝基苯胺纯度/%	≥99.50	—	6.5
5	对硝基氯苯/%	≤0.20	≤0.30	6.5
6	低沸物/%	≤0.10		6.5
7	间硝基苯胺/%	≤0.20		6.5
8	邻硝基苯胺/%	≤0.30		6.5
9	高沸物/%	≤0.10		6.5
10	水分质量分数/%	≤0.50	—	6.6

表 2 邻硝基苯胺的质量要求

序号	项 目	指 标		试验方法 章条号
		优等品	合格品	
1	外观	橙红色片状		6.2
2	干品初熔点/℃	≥71.0	≥69.0	6.3
3	邻硝基苯胺纯度/%	≥99.50	≥98.00	6.5
4	邻硝基氯苯/%	≤0.20	≤0.70	6.5
5	低沸物/%	≤0.10	≤0.20	6.5
6	对硝基苯胺/%	≤0.10	≤0.20	6.5
7	间硝基苯胺/%	≤0.10	≤0.20	6.5
8	高沸物/%	≤0.20	≤0.20	6.5
9	水分质量分数/%	≤0.30	≤0.50	6.6

表 3 间硝基苯胺的质量要求

序号	项 目	指 标		试验方法 章条号
		一等品	合格品	
1	外观	黄色针状结晶或粉末		6.2
2	干品初熔点/℃	≥112.0	≥111.5	6.3
3	总氨基值/%	≥90.0	≥90.0	6.4
4	间硝基苯胺纯度/%	≥99.50	≥99.00	6.5
5	间二硝基苯/%	≤0.10	≤0.30	6.5
6	低沸物/%	≤0.10	≤0.20	6.5
7	对硝基苯胺/%	≤0.10	≤0.20	6.5
8	邻硝基苯胺/%	≤0.10	≤0.20	6.5
9	高沸物/%	≤0.10	≤0.20	6.5

4 安全信息

4.1 安全

根据 GB 12268—2012 规定,对硝基苯胺、邻硝基苯胺、间硝基苯胺为 6.1 类毒性物质,UN 号 1661。空气中容许浓度为 5 mg/m³。吸入、口服和皮肤接触有害。使用及搬运过程中应采取必要的防护措施,严格注意安全。运输前应先检查包装容器是否完整、密封,运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏。严禁与酸类、氧化剂、食品及食品添加剂混运。运输途中应防曝晒、雨淋,防高温。

4.2 安全技术说明书

按 GB/T 16483,硝基苯胺类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) 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。

5 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,所采样产品的包装应完好,采样时勿使外界杂质落入产品中。所采样品总量不得少于 500 g。将采取样品充分混匀后,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。

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和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液及制剂、制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备与标定。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

在自然北昼光下采用目视评定。

6.3 干品初熔点的测定

按 GB/T 2384 进行。对硝基苯胺烘干温度 100 °C~105 °C;邻硝基苯胺烘干温度 45 °C~50 °C;间硝基苯胺烘干温度 80 °C~85 °C。烘干时间 30 min。

两次平行测定结果之差不大于 0.2 °C,取算术平均值作为测定结果。

6.4 总氨基值的测定

6.4.1 方法原理

采用重氮化法。

利用芳香族伯胺在低温及过量无机酸存在下与亚硝酸钠作用生成重氮盐的原理进行测定。

6.4.2 试剂和材料

试剂和材料包括:

- a) 盐酸;
- b) 溴化钾溶液:100 g/L;
- c) 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.25 \text{ mol/L}$;
- d) 淀粉-碘化钾试纸。

6.4.3 分析步骤

按表 4 配制待测试样,置于 400 mL 清洁干燥的烧杯中,加水 100 mL,加热溶解后,用水稀释至 300 mL,冷至 0 °C~10 °C。然后将滴定管尖端插入溶液中,在不断搅拌下,将亚硝酸钠标准滴定溶液(占总量的 95%左右)一次加入,然后将滴定管尖端提离液面,逐滴加入亚硝酸钠标准滴定溶液,直至使淀粉-碘化钾试纸呈微蓝色润圈,并保持 5 min 不变即为终点。在相同条件下做一空白试验。

表 4 待测试样的配制

名称	对硝基苯胺	间硝基苯胺
称样量(精确至 0.000 2 g)/g	1.0	0.7
盐酸/mL	30	30
溴化钾溶液(100 g/L)/mL	—	10

6.4.4 结果计算

总氨基值以质量分数 w 计,按式(1)计算:

$$w = \frac{c[(V_1 - V_0)/1\ 000]M}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——对、间硝基苯胺的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2) = 138.13$];

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

6.4.5 允许误差

两次平行测定结果之差不大于 0.30%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

6.5 硝基苯胺纯度及其有机杂质的测定

6.5.1 方法原理

采用气相色谱法,在毛细管柱上,经氢火焰检测器检测,用峰面积归一化法定量。

6.5.2 试剂和材料

试剂和材料包括:

- a) 乙酸乙酯;
- b) 对硝基苯胺;
- c) 邻硝基苯胺;
- d) 间硝基苯胺;
- e) 对硝基氯苯;
- f) 邻硝基氯苯;
- g) 间二硝基苯。

6.5.3 仪器和设备

仪器和设备包括:

- a) 气相色谱仪:仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 中 6.3 和 6.4 的规定;
- b) 检测器:氢火焰离子化检测器(FID);
- c) 色谱柱:内径 0.32 mm,长 30 m 膜厚 0.25 μm 毛细管柱,固定相为(5%苯基)-甲基聚硅氧烷,(如 HP-5 或能达到同等分离效果的其他毛细管柱);
- d) 微量注射器;
- e) 色谱工作站或积分仪。

6.5.4 色谱操作条件

色谱操作条件见表 5。

表 5 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/°C	300
汽化室温度/°C	250
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)流量/(mL/min)	20
分流比	30 : 1
柱温程序	150 °C 保持 2 min, 20 °C/min 升温至 280 °C, 保持 5 min
定量方法	峰面积归一化法

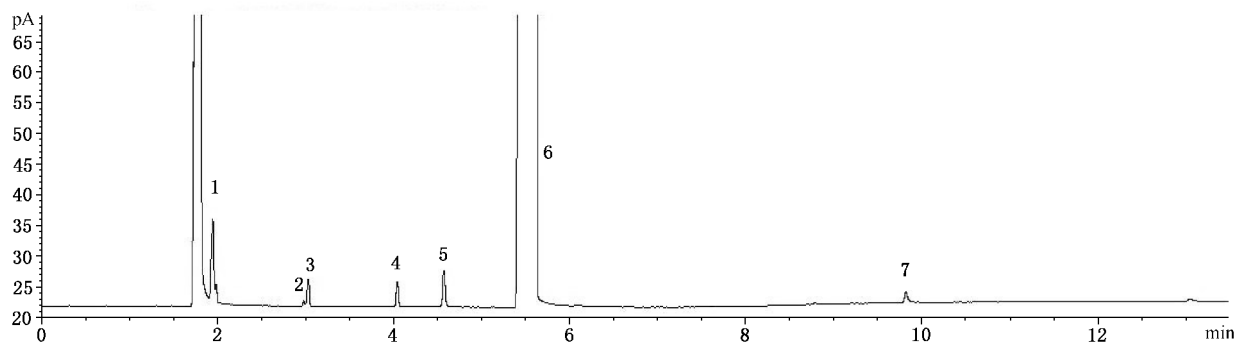
可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件。

6.5.5 测定步骤

称取试样约 0.4 g 于 10 mL 棕色容量瓶中,用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度。在选定的色谱条件下进样,待各组分出峰完毕后,用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

6.5.6 色谱图

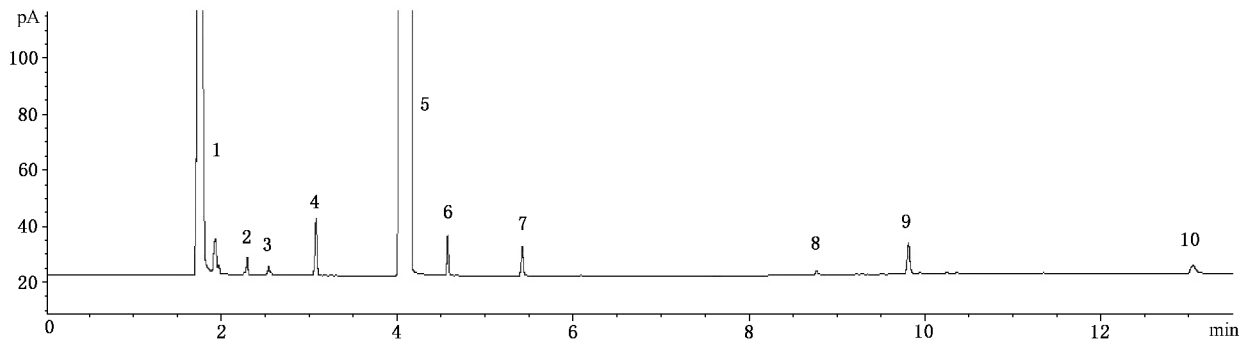
对硝基苯胺气相色谱示意图见图 1、邻硝基苯胺气相色谱示意图见图 2、间硝基苯胺气相色谱示意图见图 3。



说明:

- 1——溶剂;
- 2——低沸物;
- 3——对硝基氯苯;
- 4——邻硝基苯胺;
- 5——间硝基苯胺;
- 6——对硝基苯胺;
- 7——高沸物。

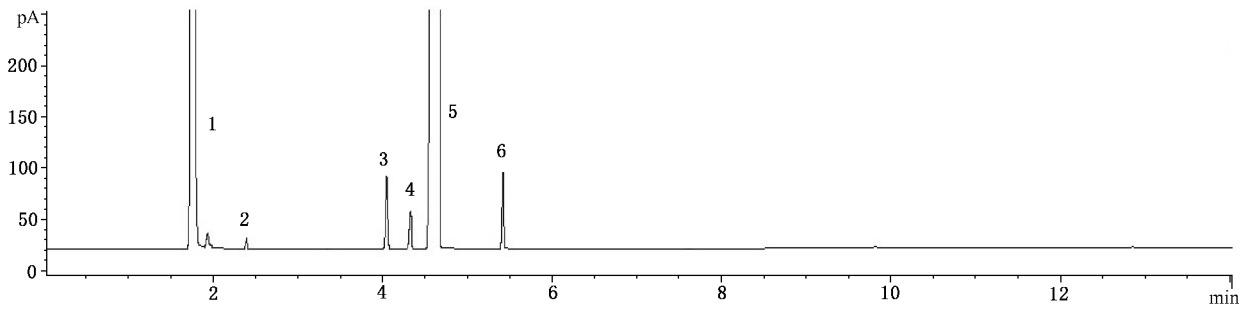
图 1 对硝基苯胺色谱示意图



说明:

- 1 —— 溶剂;
- 2、3 —— 低沸物;
- 4 —— 邻硝基氯苯;
- 5 —— 邻硝基苯胺;
- 6 —— 间硝基苯胺;
- 7 —— 对硝基苯胺;
- 8、9、10 —— 高沸物。

图 2 邻硝基苯胺色谱示意图



说明:

- 1 —— 溶剂;
- 2 —— 低沸物;
- 3 —— 邻硝基苯胺;
- 4 —— 间二硝基苯;
- 5 —— 间硝基苯胺;
- 6 —— 对硝基苯胺。

图 3 间硝基苯胺色谱示意图

6.5.7 结果计算

各组分的含量以 w_i 计,按式(2)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- A_i —— 各组分的峰面积;
- $\sum A_i$ —— 各组分的峰面积的总和。

注 1: (对硝基苯胺)低沸物为溶剂峰后对硝基氯苯前所有流出组分。高沸物为对硝基苯胺后所有流出组分。

注2: (邻硝基苯胺)低沸物为溶剂峰后邻硝基氯苯前所有流出组分。高沸物为对硝基苯胺后所有流出组分。

注3: (间硝基苯胺)低沸物为溶剂峰后邻硝基苯胺前所有流出组分。高沸物为对硝基苯胺后所有流出组分。

计算结果保留到小数点后两位。如结果小于0.01%保留一位有效数字。

6.5.8 允许差

纯度的两次平行测定结果之差应不大于0.20%,各有机杂质含量两次平行测定结果之差应不大于平均值的20%,取其算术平均值作为测定结果。

6.6 水分的测定

按GB/T 2386—2014中的3.4“卡尔·费休法及卡尔·费休改良法”规定的方法进行,称样量为0.5g~1g(精确至0.01g),溶剂为甲醇和三氯甲烷(1:3)的混合溶液。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,平行测定结果的差值不大于0.05%。

7 检验规则

7.1 检验分类

表1、表2、表3中所规定的所有检验项目为出厂检验项目。

7.2 出厂检验

硝基苯胺类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硝基苯胺类产品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要求时,则整批产品不合格。

8 标志、标签、包装、运输和贮存

8.1 标志

硝基苯胺类产品每个包装容器上都应按GB 190和GB/T 191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/批号;
- d) 生产许可证编号和标志;
- e) 净含量;
- f) 警示标志(毒性物质)。

8.2 标签

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的规定。

8.3 包装

硝基苯胺类产品用内衬塑料袋(塑料袋要扎口)的编织袋或铁桶包装,每袋(桶)净含量 25 kg±0.25 kg。其他包装可与用户协商确定。产品的包装应符合 GB 12463 的有关规定。

8.4 运输

运输时应符合 GB/T 191 的有关规定。运输过程中应避免日晒雨淋,搬运时轻搬轻放。

8.5 贮存

产品应贮存于阴凉通风处,严防受潮,远离火源。贮存应符合 GB 15603 的有关规定。
