

五氯硝基苯原药

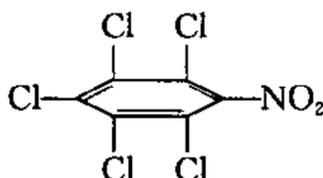
1 主题内容与适用范围

本标准规定了五氯硝基苯原药的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存要求。
本标准适用于不同工艺路线合成的五氯硝基苯原药。

有效成分:五氯硝基苯

化学名称:五氯硝基苯

结构式:



分子式: $C_6Cl_5NO_2$

相对分子质量: 295.28 (按 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 1600 农药水分测定方法

GB 1604 农药验收规则

GB 1605 商品农药采样方法

GB 3796 农药包装通则

3 技术要求

3.1 外观:浅黄色片状晶体或块状物。

3.2 五氯硝基苯原药应符合下列指标要求:

项 目	指 标		
	优 等 品	一 等 品	合 格 品
五氯硝基苯含量, %	≥ 95.0	92.0	88.0
六氯苯含量, %	≤ 1.0	1.5	3.0
水分, %	≤ 1.0	1.0	1.5
酸度(以 H_2SO_4 计), %	≤ 0.8	1.0	1.0

4 试验方法

4.1 五氯硝基苯含量的测定

除另有说明,本试验所使用的试剂均为分析纯试剂。

中华人民共和国化学工业部 1993-07-05 批准

1994-01-01 实施

4.1.1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻位三联苯为内标,在10%SE-30/Chromosorb W AW DMCS色谱柱上用氢火焰离子化检测器对五氯硝基苯进行分离和测定。

4.1.2 试剂和溶液

三氯甲烷(GB 682);

固定液:SE-30;

载体:Chromosorb W AW DMCS 200~250 μ m;

五氯硝基苯标样:已知含量(内含已知含量的六氯苯)

邻三联苯溶液:称取1.0~1.1g邻三联苯于50mL容量瓶中,用三氯甲烷溶解,稀释至刻度。混匀。

4.1.3 仪器

气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器;

色谱柱:长2m,内径4mm不锈钢柱;

数据处理机;

微量进样器:5 μ L。

4.1.4 气相色谱操作条件

汽化室温度:230 $^{\circ}$ C;

检测器温度:230 $^{\circ}$ C;

柱箱温度:190 $^{\circ}$ C;

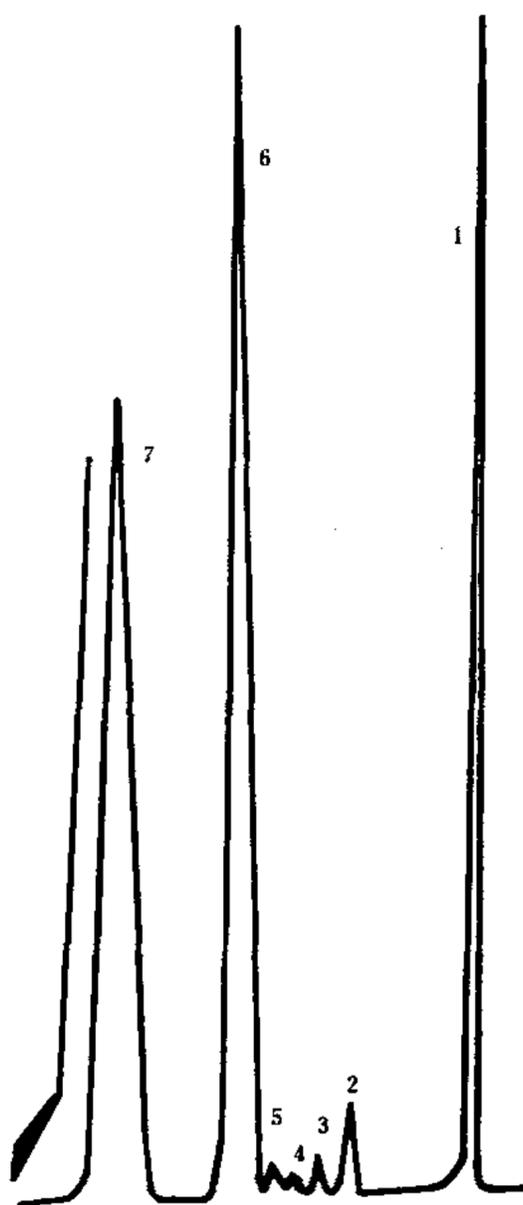
载气(N₂):50mL/min;

氢气:60mL/min;

空气:400mL/min;

记录纸速:4mm/min;

保留时间:五氯硝基苯:7.3min;六氯苯:6.2min;邻三联苯:11.4min。



五氯硝基苯原药色谱图

1—三氯甲烷;2—2,3,5,6-四氯硝基苯;3—2,3,4,5-四氯硝基苯;

4—2,3,4,6-四氯硝基苯;5—六氯苯;6—五氯硝基苯;7—邻三联苯

上述操作条件,系 SP-501 色谱仪上的操作条件,可根据仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以获得最佳效果。

4.1.5 测定步骤

4.1.5.1 标样溶液的配制

称取五氯硝基苯标样 0.10~0.11g, (精确至 0.000 2g), 置于清洁干燥的具塞玻璃瓶中, 用移液管准确移入 2.0mL 邻三联苯(内标)溶液, 混匀。

4.1.5.2 试样溶液的配制

称取五氯硝基苯试样 0.10~0.11g(精确至 0.000 2g), 置于清洁干燥具塞玻璃瓶中, 用移液管准确移入 2.0mL 邻三联苯(内标)溶液, 混匀。

4.1.5.3 测定

在 4.1.4 条操作条件下, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针五氯硝基苯标样溶液 0.6 μ L, 待相邻两次进样的五氯硝基苯与内标物邻三联苯的峰面积比的相对差小于 1% 为止, 然后按下列顺序进样分析:

- a. 标样溶液;
- b. 试样溶液;
- c. 试样溶液;
- d. 标样溶液。

4.1.5.4 计算

分别求出 a、d 和 b、c 色谱图中五氯硝基苯与邻三联苯峰面积之比的平均值。五氯硝基苯质量百分含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{\bar{A}_1 m_2 w}{A_2 m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: \bar{A}_1 ——b、c 试样溶液中,五氯硝基苯与邻三联苯峰面积比的平均值;

\bar{A}_2 ——a、d 标准溶液中,五氯硝基苯与邻三联苯峰面积比的平均值;

m_1 ——试样的质量, g;

m_2 ——标样的质量, g;

w ——标样中五氯硝基苯的纯度, (% , m/m)。

4.1.5.5 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 1.0%。

4.2 六氯苯含量的测定

4.2.1 测定步骤

在 4.1.5.3 条色谱图中,分别求出 a、d 和 b、c 六氯苯与邻三联苯峰面积比的平均值。

4.2.2 计算

六氯苯质量百分含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{\bar{A}_1 m_2 w}{A_2 m_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中: \bar{A}_1 ——b、c 试样溶液中,六氯苯与邻三联苯峰面积比的平均值;

\bar{A}_2 ——a、d 标样溶液中,六氯苯与邻三联苯峰面积比的平均值;

m_1 ——试样的质量, g;

m_2 ——标样的质量, g;

w ——标样中六氯苯的纯度, (% , m/m)。

4.2.3 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.15%。

4.3 水分的测定

按 GB/T 1601 进行。

4.4 酸度的测定

4.4.1 试剂和溶液

丙酮(GB 686);

氢氧化钠(GB 629):标准滴定溶液 $c(\text{NaOH})=0.05\text{mol/L}$;

0.1%甲基红指示液:称取 0.10g 甲基红,溶于乙醇中,并用乙醇稀释至 100mL。

4.4.2 操作步骤

称取试样 2~2.5g(精确至 0.001 g)置于 150mL 锥形瓶中,加 25~30mL 丙酮,试样溶解后,再加 25mL 蒸馏水,加 5~6 滴甲基红指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色即为终点,同时作试剂空白。

4.4.3 计算

酸度的质量百分含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{c(V_1 - V_0)0.049}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试样时,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白时,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,mL;

m ——试样的质量,g;

0.049——与1.00mL氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=1.000\text{ mol/L}$]相当的、以克表示的硫酸质量。

5 检验规则

5.1 取样方法

按GB 1605中原药采样方法进行。采用随机方法确定取样的包装件,最终取样量应不少于250g。

5.2 验收规则

执行GB 1604标准。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 五氯硝基苯原药的包装和标志,应符合GB 3796中的有关规定,并加商标。

6.2 五氯硝基苯原药应用50×80cm聚丙烯编织袋(内衬塑料膜)进行包装,每袋20kg;也可根据用户要求,采用其他形式的包装。

6.3 贮运时,严防潮湿和日晒,不得与食物、种子、饲料混放,避免与皮肤、眼睛接触,防止由口鼻吸入。

6.4 包装件应贮存在通风、干燥(低温)的室内仓库中。堆码方式应符合安全、搬运方便的原则。

6.5 在使用说明书和包装容器上,除具有相应的毒性标志外,还应有毒性说明,使用注意事项、解毒方法和抢救措施等。

6.6 在规定贮存条件下,五氯硝基苯的保证期从生产日期算起,至少为2年。在保证期内,五氯硝基苯相对分解率不得超过2%。

附录 A
五氯硝基苯含量测定方法
(补充件)

A1 方法提要

试样用三氯甲烷溶解,以邻位三联苯为内标在 10% SE-30/101 载体(或 7% OV-101/Chromosorb W AW DMCS)色谱柱上,用热导池检测器对五氯硝基苯进行分离和测定。

A2 试剂和溶液

三氯甲烷(GB 682);

固定液:SE-30(或 OV-101);

载体:101 硅烷化白色担体(或 chromosorb W AW DMCS)200~250 μ m;

五氯硝基苯标样:已知含量(内含已知含量的六氯苯);

邻三联苯溶液:称取 2g 邻三联苯置于 50mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解,稀释至刻度,混匀。

A3 仪器

气相色谱仪:具有热导池检测器;

色谱柱:长 2m,内径 4mm 不锈钢柱;

数据处理机;

微量进样器:25 μ L。

A4 气相色谱操作条件

汽化室温度:220 $^{\circ}$ C;

检测器温度:200 $^{\circ}$ C;

柱箱温度:188 $^{\circ}$ C;

载气(H₂):30mL/min;

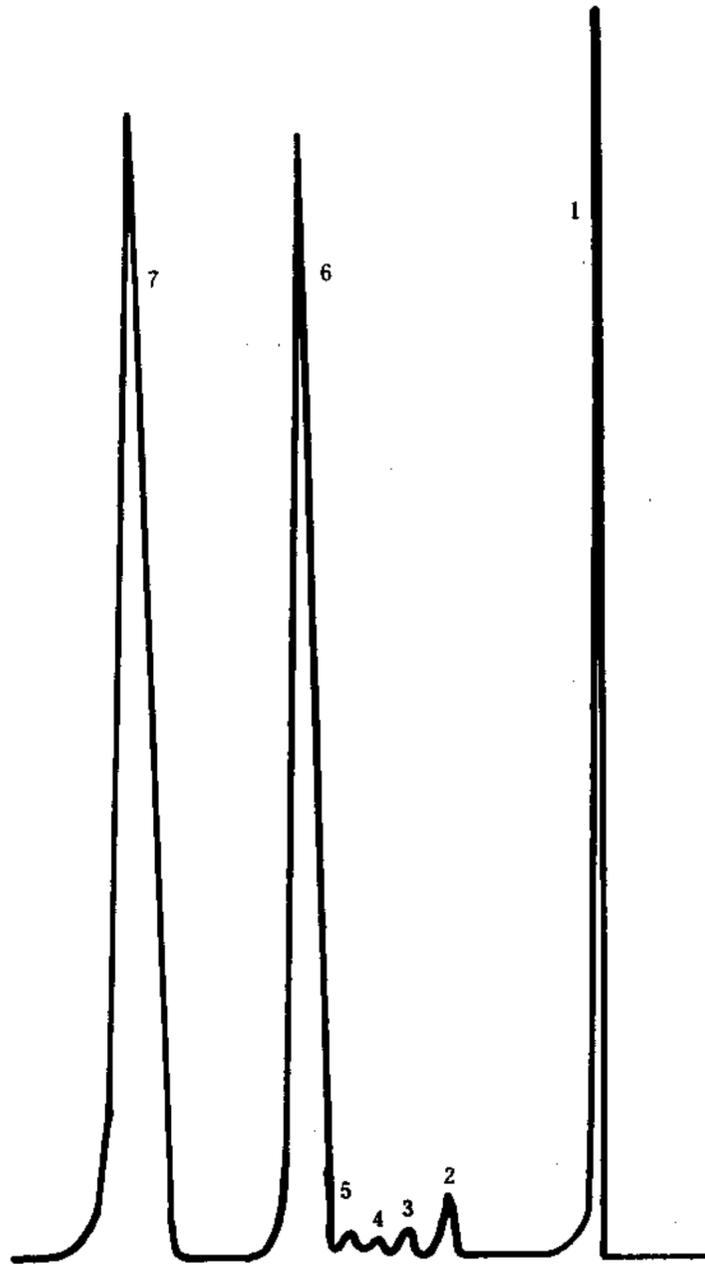
桥流:180mA;

衰减:1/2;

记录纸速:4mm/min。

保留时间:五氯硝基苯:7.1min;六氯苯:5.5min;三联苯:11.2min。

上述操作条件,系 SP-501 色谱仪上的操作条件,可根据仪器特点,对给定操作参数作适当调整,以获得最佳效果。



五氯硝基苯原药色谱图

1—三氯甲烷; 2—2,3,5,6-四氯硝基苯; 3—2,3,4,5-四氯硝基苯;
4—2,3,4,6-四氯硝基苯; 5—六氯苯; 6—五氯硝基苯; 7—邻三联苯

A5 测定步骤

A5.1 五氯硝基苯标样溶液的配制

称取五氯硝基苯标样 0.10~0.11g, (精确至 0.000 2g), 置于清洁干燥的具塞玻璃瓶中, 用移液管准确移入 2.0mL 邻三联苯(内标)溶液, 混匀。

A5.2 试样溶液的配制

称取五氯硝基苯试样 0.10~0.11g(精确至 0.000 2g), 置于清洁干燥具塞玻璃瓶中, 用移液管准确移入 2.0mL 邻三联苯(内标)溶液, 混匀。

A5.3 测定和计算

进样量 10 μ L, 余同 4.1.5.3 和 4.1.5.4。

A6 允许差

两次平行测定结果之差, 应不大于 1.0%。

附录 B
六氯苯含量的测定方法
(补充件)

B1 测定步骤

在 A5.3 色谱图中,分别求出 a、d 和 b、c 六氯苯与邻三联苯峰面积比的平均值。

B2 计算

六氯苯百分含量 X_1 按式(B1)计算:

$$X_1 = \frac{\bar{A}_1 m_2 w}{\bar{A}_2 m_1} \dots\dots\dots (B1)$$

式中: \bar{A}_1 ——b、c 试样溶液中,六氯苯与邻三联苯峰面积比的平均值;

\bar{A}_2 ——a、d 标样溶液中,六氯苯与邻三联苯峰面积比的平均值;

m_1 ——试样的质量,g;

m_2 ——标样的质量,g;

w ——标样中六氯苯的纯度,%(m/m)。

B3 允许差

两次平行测定结果之差,应不大于 0.15%。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由沈阳化工研究院技术归口。

本标准由化工部沈阳化工研究院、临汾有机化工厂负责起草。

本标准主要起草人杨绍宗、段振世、兰月龙、马建勇。

自本标准实施之日起,原化学工业部部标准 HG2—84—83《五氯硝基苯原粉》作废。