



中华人民共和国国家标准

GB/T 691—94

化 学 试 剂
 苯 胺

Chemical reagent
Aniline

1994-12-22 发布

1995-10-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

化 学 试 剂 苯 胺

GB/T 691—94

代替 GB 691—77

Chemical reagent
Aniline

本试剂为无色或浅黄色透明油状液体,具有特殊臭味,露置空气中或遇光色泽变深。

示性式: $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$

相对分子质量:93.13(按1991年国际相对原子质量)

1 主题内容与适用范围

本标准规定了化学试剂苯胺的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。
本标准适用于化学试剂苯胺的检验。

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法(卡尔·费休法)
GB/T 618 化学试剂 结晶点测定通用方法
GB/T 619 化学试剂 采样及验收规则
GB/T 6682 分析实验室用水规格及试验方法
GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
GB/T 9741 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法
HG 3—119 化学试剂 包装及标志

3 技术要求

3.1 苯胺($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$)含量(%):

分析纯..... ≥ 99.5 ;

化学纯..... ≥ 99.0 。

3.2 结晶点($^{\circ}\text{C}$):

分析纯..... $-6.0 \sim -6.5$;

化学纯..... $-5.0 \sim -6.5$ 。

3.3 杂质最高含量:

			%
名 称	分 析 纯	化 学 纯	
灼烧残渣(以硫酸盐计)	0.002	0.005	
硝基苯	0.003	—	
水分(H ₂ O)	0.2	—	

4 试验方法

本试验方法中标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,除另有规定外,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格。

4.1 苯胺(C₆H₅NH₂)含量测定

按 GB/T 9722 之规定测定,其中:

4.1.1 试验条件

- 检测器:热导池检测器;
 - 载气及流量:氢气,40 mL/min;
 - 柱长(不锈钢柱):3 m;
 - 固定相:10%SE-52(甲基苯基硅油,含苯基 5%)涂于 101 白色担体〔250~150 μm(60~80 目)〕,于 190℃老化 4 h 以上;
 - 柱温度:140℃;
 - 汽化室温度:200℃;
 - 检测器温度:160℃;
 - 进样量:2~4 μL;
 - 色谱柱有效板高: $H_{\text{eff}} \leq 3.6$ mm;
 - 不对称因子: $f \leq 1.1$;
 - 难分离物质对的分度度: $R \geq 5.4$ (苯胺和氯代苯);
- 组分相对主体的相对保留值: $r_{\text{硝基苯,苯胺}} = 1.74$, $r_{\text{氯代苯,苯胺}} = 0.48$ 。

4.1.2 定量方法

按 GB/T 9722 中 8.2 条之规定测定。

4.2 结晶点

按 GB/T 618 之规定测定。

4.3 杂质测定

样品量取须精确至 0.1 mL。

4.3.1 灼烧残渣

量取 49 mL(50 g)样品,按 GB/T 9741 中 4.2 条之规定测定。结果按 GB/T 9741 中第 5 章之规定计算。

4.3.2 硝基苯

示波极谱法测定。

4.3.2.1 硝基苯杂质标准溶液的制备(1 mL 溶液含有 1 mg C₆H₅NO₂)

称取 1.000 g 硝基苯,置于 1 000 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度。

4.3.2.2 试验条件

- 仪器:示波极谱仪;
- 工作电极:滴汞电极;
- 参比电极:饱和甘汞电极;

- d. 对电极:铂电极;
- e. 灵敏度:测定同一个样品选择同一档电流倍率。硝基苯杂质标准的加入量,第一点应在 0.15 mg 左右,波高不得低于 12 mm(约 10 个小格);
- f. 稳定性:滴汞与扫描要同步。同一标准重复出现的波高差值不得大于 1.5 mm(约 1 个小格);
- g. 除氧方法:通氮气 5 min 以上;
- h. 扫描电位范围:—0.2~—0.7 V;
- i. 半波电位:—0.57 V。

4.3.2.3 测定方法

量取 49 mL(50 g)样品,注入盛有 25 mL 甲醇的容量瓶中,加 13 mL 盐酸溶液(20%),冷却,用甲醇稀释至 100 mL。量取 20 mL,共四份,一份不加标准溶液,其余三份分别加入含有成比例的硝基苯杂质标准溶液。通氮气 5 min 后,在试验条件下,分别测定其极谱波高。

以加入标准溶液浓度为横坐标,相应的极谱波高为纵坐标,绘制曲线。将曲线反向延长与横轴相交,交点即为待测硝基苯的浓度。

4.3.2.4 结果计算

硝基苯百分含量按下式计算:

$$X = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中: X——硝基苯的质量百分含量, %;

c——由曲线上查出样品中硝基苯的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V——样品溶液的体积, mL;

m——样品的质量, g。

4.3.3 水分

量取 9.8 mL(10 g)样品,用 10 mL 乙二醇及 10 mL 乙酸(冰醋酸)为溶剂,按 GB 606 之规定测定。

5 检验规则

按 GB/T 619 之规定进行采样及验收。

6 包装及标志

6.1 包装

按 HG 3—119 之规定,其中:

内包装形式: Xz-2, Xz-3, Xz-5, 应包避光纸;

外包装形式: W-1;

包装单位: 第 4 类。

6.2 标志

按 HG 3—119 之规定,并注明“易燃物品”及“毒害品”。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由北京化学试剂总厂归口。

本标准由天津化学试剂一厂负责起草。

本标准主要起草人张瑞忠、张文莲。

本标准于 1965 年首次发布,于 1977 年修订。

(京)新登字 023 号

GB/T 691—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 学 试 剂
苯 胺

GB/T 691—94

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

电 话: 8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字

1995 年 7 月第一版 1995 年 7 月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-11640 定价 8.00 元

*

标 目 268—26



GB/T 691—1994