



中华人民共和国国家标准

GB/T 681—94

化 学 试 剂 二 苯 胺

Chemical reagent
Diphenylamine

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 二 苯 胺

GB/T 681—94

代替 GB 681—78

Chemical reagent
Diphenylamine

本试剂为白色结晶,微溶于水,易溶于乙醇及乙醚中,遇光变暗。

分子式: $(C_6H_5)_2NH$

相对分子质量: 169.23(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二苯胺的技术要求、试验方法、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂二苯胺的检验。

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 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

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和试验方法

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 二苯胺 $[(C_6H_5)_2NH]$ 含量: 不少于 99.0%。

3.2 熔点范围(°C): 52.5~54.0(1°C)。

3.3 对硝酸盐灵敏度试验: 合格。

3.4 杂质最高含量:

名 称	分 析 纯
乙醇溶解试验	合格
灼烧残渣(以硫酸盐计), %	0.01
硝酸盐(NO_3)	合格
苯胺($C_6H_5NH_2$)	合格

国家技术监督局 1994-12-22 批准

1995-10-01 实施

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 二苯胺 $[(C_6H_5)_2NH]$ 含量测定

称取 0.08~0.10 g 样品,精确至 0.000 1 g。置于碘量瓶中,用 10 mL 三氯甲烷溶解,加 50.00 mL 溴标准滴定溶液 $[c(1/6KBrO_3)=0.1\text{ mol/L}]$,80 mL 水及 5 mL 盐酸,立即密封,振摇 5 min,放置 10 min 后,冷却至 20℃ 以下,加 2 g 碘化钾,于暗处放置 10 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(Na_2S_2O_3)=0.1\text{ mol/L}]$ 滴定,近终点时加 3 mL 淀粉指示液(10 g/L),继续滴定至溶液蓝色消失。同时作空白试验。

含量按下式计算:

$$X = \frac{(V_1 - V) \cdot c \times 0.021\ 15}{m} \times 100$$

式中: X——二苯胺的质量百分含量, %;

V_1 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V——样品消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.021 15——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(Na_2S_2O_3)=1.000\text{ mol/L}]$ 相当的,以克表示的二苯胺的质量;

m——样品的质量, g。

4.2 熔点范围

按 GB/T 617 之规定测定。

4.3 对硝酸盐灵敏度试验

取含 0.002 mg 硝酸盐的杂质标准溶液,加 2 mL 水、6 mL 硫酸及 1 mL 溶液 I(4.4.3.2 条),摇匀。另取 2 mL 水,加 6 mL 硫酸及 1 mL 溶液 I(4.4.3.2 条)作为空白。将试样溶液及空白溶液于 60℃ 水浴中保温 10 min,试样溶液与空白比较应呈明显的蓝色。

4.4 杂质测定

样品称量须精确至 0.01 g。

4.4.1 乙醇溶解试验

称取 1 g 样品,溶于 10 mL 乙醇,溶液应澄清,无机械杂质。

4.4.2 灼烧残渣

称取 10 g 样品,按 GB/T 9741 中 4.1 条之规定测定。结果按 GB/T 9741 中第 5 章之规定计算。

4.4.3 硝酸盐

4.4.3.1 不含硝酸盐的硫酸的制备

将优级纯硫酸稀释一倍后,于砂浴上加热至冒强烈的硫酸蒸气,冷却,重复处理一次。

4.4.3.2 试验方法

取 6 mL 不含硝酸盐的硫酸,缓缓注入 2 mL 水中,冷却至 50~60℃,加 1 滴盐酸及 0.01 g 样品,于 60℃ 水浴中保温 10 min(溶液 I¹⁾),同时作空白试验。试样溶液所呈蓝色不得深于空白试验溶液。

注 1): 保留溶液 I 供 4.3 条测定用。

4.4.4 苯胺

4.4.4.1 试剂制备

a. 1-萘酚溶液:

称取 1 g 1-萘酚,溶于 5 mL 氢氧化钠溶液(250 g/L),稀释至 100 mL(使用时配制)。

b. 盐酸溶液:

取 1 mL 盐酸溶液 [$c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$], 稀释至 500 mL。

4.4.4.2 测定方法

称取 1 g 研细的样品, 加入 20 mL 盐酸溶液, 不断振摇 30 min, 过滤。取 5 mL 滤液, 冷却至 $0\sim 5^\circ\text{C}$, 加 1 滴盐酸、1 滴亚硝酸钠溶液 (200 g/L) 及 10 mL 1-萘酚溶液, 摇匀。同时作空白试验。试样溶液与空白试验比较不得呈现明显的红色。

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

按 HG 3—119 之规定。其中:

内包装形式: Gz-2, Gz-3 (应包避光纸);

外包装形式: W-1;

包装单位: 第 3 类。

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。

本标准由上海试剂三厂负责起草。

本标准主要起草人陈关林。

本标准于 1965 年首次发布, 于 1978 年修订。

(京)新登字 023 号

GB/T 681—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 学 试 剂
二 苯 胺

GB/T 681—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: 155066·1-11639 定价 8.00 元

*

标 目 268—25



GB/T 681—1994