

中华人民共和国国家标准

GB/T 2961—2014
代替 GB 2961—2006

苯 胺

Aniline

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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 2961—2006《苯胺》。

本标准与 GB 2961—2006 相比主要技术变化如下：

- 修改了标准属性,由强制性修改为推荐性;
- 增加了 CAS RN(见第 1 章);
- 修改了低沸物的指标要求(见第 3 章,2006 年版的第 3 章);
- 删除了干品结晶点指标要求(见第 3 章,2006 年版的第 3 章);
- 增加了安全信息(见第 4 章);
- 修改了纯度及有机杂质测定方法中使用的色谱柱型号(见 6.3,2006 年版的 5.5);
- 修改了纯度及有机杂质测定方法中气相色谱的操作条件(见 6.3,2006 年版的 5.5);
- 修改了纯度及有机杂质测定方法中的定量方法(见 6.3,2006 年版的 5.5);
- 修改了水分测定方法中气相色谱的型号(见 6.4.2,2006 年版的 5.3.2);
- 修改了水分测定方法中气相色谱的操作条件(见 6.4.2,2006 年版的 5.3.2);
- 修改了水分测定方法中气相色谱法的计算公式(见 6.4.2,2006 年版的 5.3.2);
- 增加了标签(见 8.2)。

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:中国石化集团南京化学工业有限公司、天脊煤化工集团股份有限公司、康乃尔化学工业股份有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:杜建国、季浩、王百文、张守军、吕咏梅、杨建强。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 2961—1982、GB 2961—1990、GB 2961—2006。

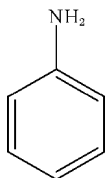
苯 胺

警告：使用本标准的人员应有实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，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。本标准适用于苯胺的产品质量控制。

结构式：



分子式： C_6H_7N

相对分子质量：93.13(按 2011 年国际相对原子质量)

CAS RN:62-53-3

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 2386—2006 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

苯胺的质量应符合表 1 的要求。

表 1 苯胺的质量要求

项目	指标			试验方法	
	优等品	一等品	合格品		
外观	无色至浅黄色透明液体,贮存时允许颜色变深			6.2	
苯胺纯度/%	≥	99.80	99.60	99.40	6.3
硝基苯含量/%	≤	0.002	0.010	0.015	6.3
低沸物含量/%	≤	0.008	0.010	0.015	6.3
高沸物含量/%	≤	0.01	0.03	0.05	6.3
水分含量/%	≤	0.10	0.30	0.50	6.4

4 安全信息

4.1 安全

根据 GB 12268—2012 规定,苯胺属于 6.1 类毒性物质,UN 号:1547。本品主要引起高铁血红蛋白血症、溶血性贫血和肝、肾损害。苯胺遇明火、高热可燃,与酸类、卤素、醇类、胺类能够发生强烈反应,会引起燃烧。本品在使用及搬运过程中应采取必要的防护措施,严格注意安全。

4.2 安全技术说明书

- 按 GB/T 16483,苯胺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) 本产品的危险性信息;
 - 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,所采样品的包装应完好,采样时勿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;苯胺用槽车运输时从上、中、下三部(上部离液面 1/10 液层,下部离底部 1/10 液层)取出等量样品,采样总量不得少于 500mL。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、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—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。

6.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

6.3 苯胺纯度及有机杂质的测定

6.3.1 方法提要

采用毛细管柱气相色谱法,用峰面积归一化法求得苯胺纯度及有机杂质的含量。

6.3.2 试剂

硝基苯。

6.3.3 仪器设备

6.3.3.1 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。

6.3.3.2 检测器:氢火焰离子化检测器(FID)。

6.3.3.3 色谱柱:长 30 m,内径 0.32 mm,膜厚 1.50 μm 的毛细管色谱柱,固定相为(5%苯基)甲基聚硅氧烷或能达到同等分离效果的其他毛细管柱。

6.3.3.4 微量注射器。

6.3.3.5 色谱工作站或积分仪。

6.3.4 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2 所示。

表 2 色谱操作条件

控制参数	操作条件
载气	氮气
载气流量/(mL/min)	0.8
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	氮气
补偿气流量/(mL/min)	29
分流比	20 : 1
柱温/℃	165
进样量/ μL	0.2
定量方法	峰面积归一化法
注:可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件。	

6.3.5 测定步骤

6.3.5.1 测定

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器吸取 0.2 μL 样品进样。待出峰完毕后,

用色谱工作站或积分仪进行结果处理。硝基苯的峰位置用标准样品保留时间确定。苯胺色谱峰之前的杂质为低沸物,苯胺之后除硝基苯外的杂质为高沸物。

6.3.6 结果计算

苯胺的纯度以及低沸物和高沸物含量以 w_i 计,数值用%表示,按式(1)计算:

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

式中:

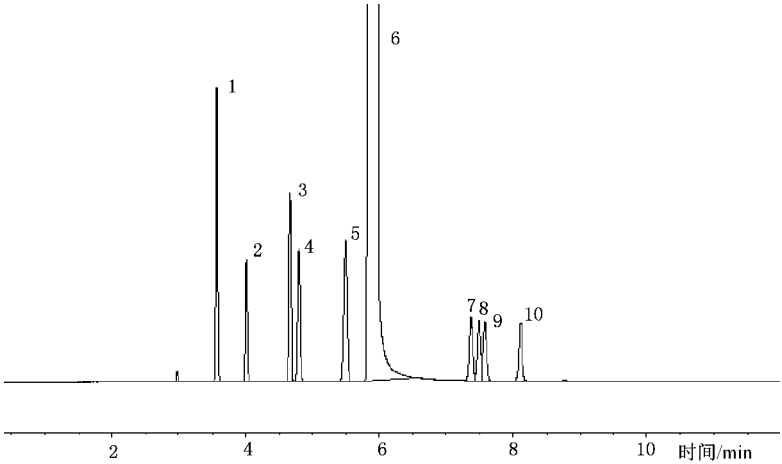
- A_i ——各组分的峰面积数值;
- $\sum A_i$ ——各组分的峰面积数值的总和;
- w ——水分的质量分数数值。

6.3.7 允许差

苯胺纯度平行测定结果之差应不大于 0.10%,有机杂质平行测定结果相对误差应不大于 20%,取其算术平均值作为测定结果。

6.3.8 色谱图

色谱图见图 1。



说明:

- 1 —— 苯;
- 2 —— 甲苯;
- 3 —— 环己胺;
- 4 —— 环己醇;
- 5 —— 苯酚;
- 6 —— 苯胺;
- 7 —— N-甲基苯胺;
- 8 —— 邻甲基苯胺;
- 9 —— 对甲基苯胺;
- 10 —— 硝基苯。

图 1 苯胺气相色谱示意图

6.4 水分的测定

6.4.1 卡尔费休法(仲裁法)

按 GB/T 2386—2006 中 3.4 的规定进行测定。苯胺进样量为 5 mL。苯胺密度为 1.02 g/mL。

6.4.2 气相色谱法

6.4.2.1 仪器和试剂

6.4.2.1.1 气相色谱仪:仪器灵敏度及稳定性应符合 GB/T 9722 的规定。

6.4.2.1.2 检测器:热导检测器。

6.4.2.1.3 色谱柱:内径 0.25 mm,长 30 m,膜厚 0.25 μm 毛细管柱,固定相为 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷或其他能够达到分离要求的色谱柱。

6.4.2.1.4 微量注射器:10 μL 。

6.4.2.1.5 载气:氢气(经干燥净化处理)。

6.4.2.2 色谱操作条件

色谱操作条件如表 3 所示。

表 3 色谱操作条件

控制参数	操作条件
载气	氢气
载气流量/(mL/min)	1.5
检测器温度/℃	260
汽化室温度/℃	260
参比气(氢气)流量/(mL/min)	15
尾吹气(氢气)流量/(mL/min)	7
进样类型	不分流进样
柱温	120 ℃ 保持 3 min, 然后以 50 ℃/min 的速度升温至 260 ℃, 保持 5 min
注:可根据仪器设备不同,选择最佳分析条件。	

6.4.2.3 标样水分的配制

在清洁干燥的小玻璃瓶内,以苯胺为底液加水(用微量注射器注入)用重量法准确配制所需浓度的标样,充分混匀,用橡皮塞盖紧,并用石蜡封口,放置 3 h 后与底液同时在色谱仪上进样,准确测量底液中水的峰高和标样中水的峰高。

标样中水分含量以质量分数 w_{js} 计,数值用 % 表示,按式(2)计算:

$$w_{js} = \frac{w_j \times h_s}{h_s - h} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_j —— 配加水的质量分数, %;

h_s —— 标样水的峰高数值;

h ——底液水的峰高数值。

苯胺底液中的水分要求小于 0.1% (质量分数); 标样的保存期为半个月。

6.4.2.4 测定步骤

启动仪器, 待条件稳定后, 用注射器吸取 1.0 μL 苯胺试样进样, 同时取和被测试样水分相接近的标样进样, 准确测量试样和标样的峰高。

苯胺中水分以质量分数 w_k 计, 数值用 % 表示, 按式 (3) 计算:

$$w_k = \frac{w_{js} \times h_k}{h_s} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

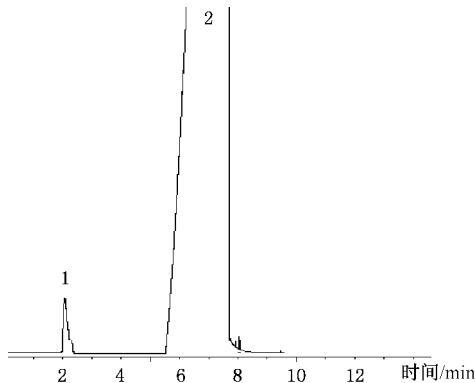
w_{js} ——标样中水分的质量分数, %;

h_s ——标样水的峰高数值;

h_k ——苯胺试样中水的峰高数值。

6.4.2.5 色谱图

苯胺中水分测定气相色谱图见图 2。



说明:

1——水;

2——苯胺。

图 2 苯胺中水分测定气相色谱图

6.4.2.6 允许差

平行测定结果的相对误差不大于 10%, 以算术平均值作为分析结果。计算结果保留至小数点后两位。

7 检验规则

7.1 检验分类

表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

7.2 出厂检验

苯胺应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的苯胺均符合本标准的要求。

7.3 复检

检验结果中若有 1 项指标不符合本标准要求时,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 1 项指标不符合本标准要求,则整批产品检验结果为不合格。

8 标志、标签、包装、运输和贮存

8.1 标志

苯胺的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;
- d) 生产许可证编号和标志;
- e) 净含量;
- f) 警示标志(毒性物质)。

槽车装运时,可在发货单上写明并将以上各项印刷在牛皮纸上,装入塑料夹中,牢固地拴在槽车的特定位置上。

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

苯胺用铁桶包装或用槽车装运。用铁桶包装时,铁皮厚度不小于 1.25 mm,每桶净含量 200 kg ± 2 kg。

产品的包装应符合 GB 12463 的有关规定。

8.4 运输

运输时应轻取轻放,防止日晒雨淋,不得接近火源。接触或搬运苯胺时,应使用防护用品,防止直接接触皮肤或吸入体内。

8.5 贮存

贮存应符合 GB 15603 的有关规定。贮存时应远离火源,放置阴凉干燥处。
