



中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5534—2019

工业用二苯胺

Diphenylamine for industrial use

2019-04-17 发布

2019-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准起草单位：江苏飞亚化学工业有限责任公司、江苏福瑞达新材料有限公司、南通新邦化工科技有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人：曹宏生、王宇、黄煜、於海霞、冒圣华

工业用二苯胺

警示——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。

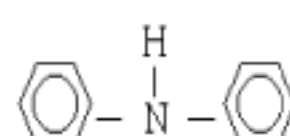
1 范围

本标准规定了工业用二苯胺的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以苯胺为原料生产的工业用二苯胺。

分子式： $\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{N}$

结构式：



相对分子质量：169.22（按 2016 年国际相对原子质量）

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，仅所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 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 7533 有机化工产品结晶点的测定方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

3.1 外观：白色至浅棕色片状物或粒状物；或无色至浅棕色透明液体。

3.2 工业用二苯胺应符合表 1 所示的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标
二苯胺，w/%	≥99.60
低沸点物，w/%	≤0.30
高沸点物，w/%	≤0.30
苯胺，w/%	≤0.10
结晶点/℃	≥52.50
水提取物反应	中性
水分，w/%	≤0.20
乙醇不溶物，w/%	≤0.05
注：低沸点物是指按本标准 4.3 测定的苯胺与二苯胺组分之间所有流出组分之和。高沸点物指按本标准 4.3 测定的二苯胺组分之后所有流出组分之和。	

4 试验方法

警示—试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。

4.1 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确定为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的三级水。

4.2 外观的测定

固体：取适量试样放在白纸上，在自然光下观察。

液体：取适量试样加入50mL预热的纳氏比色管中，保持样品在熔融状态下，置于白色背景，在日光或日光灯下由上往下垂直观察。

4.3 二苯胺、低沸点物、高沸点物和苯胺含量的测定

4.3.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的色谱条件下，使样品汽化后经毛细管色谱柱分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用校正面积归一法定量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 氢气：体积分数不低于 99.99%，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.3.2.2 氮气：体积分数不低于 99.99%，经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.3.2.3 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

4.3.2.4 二苯胺：质量分数不小于 99.8%，在测试条件下预先进行色谱分析，确定有无杂质的干扰峰。若有干扰测定的有机杂质，用面积归一法确定干扰物的含量，在计算校正因子时予以校正。

4.3.2.5 标准品：苯胺、2-乙基苯胺、喹啉、吡啶、吡啶。

4.3.3 仪器和设备

4.3.3.1 气相色谱仪：配有分流装置和氢火焰离子化检测器。整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的有关规定，该仪器的线性范围应满足分析的要求。

4.3.3.2 色谱工作站或数据处理机。

4.3.3.3 微量注射器：1μL

4.3.3.4 烘箱。

4.3.4 色谱柱和色谱操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表2。典型色谱图和相对保留值见附录A。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可采用。

表2 推荐的色谱柱及典型操作条件

项 目	参 数
色谱柱	(5%苯基) 甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径×液膜厚度	30m×0.32mm×1.0μm
柱温/℃	200
汽化室温度/℃	280
检测器温度/℃	280
载气流量/(mL/min)	2.0
氢气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	300
分流比	30:1
进样量/μL	0.1

4.3.5 分析步骤

4.3.5.1 校正因子的测定

称取适量的二苯胺和标准品（苯胺、2-乙基苯胺、喹啉、吡啶、吡啶），以上称量精确至0.1mg，置于清洁干燥的小玻璃瓶内，配制成与待测样品组分含量相当的标准样，在70℃～75℃的烘箱中加热融化，同时将进样针放在烘箱中加热。根据仪器说明书，按表2色谱操作条件或其他合适的条件进行调节，待仪器稳定后进行直接进样测定。用色谱数据处理机或工作站记录各组分的峰面积，按式（1）计算校正因子 f_i 。

各组分 i 的相对校正因子 f_i 按式（1）计算

$$f_i = \frac{A_0}{A_i} \times \frac{m_i}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_0 —— 二苯胺的峰面积；

- A_i —— 各组分*i*的峰面积；
 m_i —— 各组分*i*的含量，单位为克（g）；
 m_0 —— 二苯胺的质量，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.01%。

其他未知组分校正因子，低沸点物以吡啶相对校正因子计算，高沸点以吡啶相对校正因子计算。

4.3.5.2 样品的测定

取适量的样品，置于清洁干燥的玻璃瓶或烧杯中，在70℃～75℃的烘箱中加热融化，同时将进样针放在烘箱中加热。在与测定校正因子相同的条件下直接进样分析，计算各组分的含量。

4.3.6 结果计算

二苯胺含量以及苯胺、低沸点物和高沸点物含量 w_i ，以%表示，按式（2）计算

$$w_i = \frac{f_i \times A_i}{\sum (f_i \times A_i)} \times (100\% - w_1) \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- f_i —— 各组分*i*的相对校正因子；
 A_i —— 样品的测定中各组分*i*对应的峰面积；
 w_1 —— 4.6中测得的水的质量分数，%。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，两次平行测定结果的绝对差值：二苯胺应不大于0.10%，其他为不大于测定值的算术平均值的20%。

4.4 结晶点的测定

按 GB/T 7533 的规定执行。

4.5 水提取物反应试验

称取10g试样，精确至0.1g，置于锥型瓶内，加入50mL水，在水浴上加热。试样熔融后停止加热，并在摇荡的情况下冷却，使二苯胺析出，然后分别用红色石蕊试纸、蓝色石蕊试纸测试，观察试纸颜色变化，均不变色即为中性。

4.6 水分的测定

称取二苯胺试样约 1 g，称准至 0.0001g。按 GB/T 6283 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不得大于0.05%。

4.7 乙醇不溶物的测定

4.7.1 仪器 和设备

4.7.1.1 玻璃砂芯坩埚：3 号或 4 号。

4.7.1.2 烘箱，控温 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$

4.7.2 分析步骤

称取约 10g 试样，精确至 0.1g，置于烧杯中，并加入无水乙醇 50mL，在 $60^{\circ}\text{C} \sim 65^{\circ}\text{C}$ 水浴上加热溶解，然后迅速用已恒重的玻璃砂芯坩埚抽滤，再用 $60^{\circ}\text{C} \sim 65^{\circ}\text{C}$ 热的无水乙醇洗涤玻璃砂芯坩埚，洗至滤液滴在表面皿上蒸发无残渣痕迹出现为止。将过滤后的玻璃砂芯坩埚放入烘箱中干燥 3 h，冷却后称重。

4.7.3 结果计算

乙醇不溶物的质量分数 w_2 ，按式 (3) 计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——干燥后乙醇不溶物和玻璃砂芯坩埚质量，单位为克 (g)；

m_0 ——玻璃砂芯坩埚质量，单位为克 (g)

m ——试样质量，单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果绝对差值不大于 0.01%。

5 检验规则

5.1 本标准第 3 章要求中规定的所有项目均为型式检验项目。其中外观、二苯胺、低沸点物、高沸点物、苯胺、结晶点、水分为出厂检验项目。在正常情况下，每个月至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品投产鉴定时；
- b) 原材料、工艺、设备有较大改变，可能影响产品性能时；
- c) 停产较长时间，重新恢复生产时；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异。

5.2 按产品贮罐组批，或按生产周期组批。

5.3 采样按 GB/T 6678 确定采样单元数，固体二苯胺按 GB/T 6679 的规定采样，液体按 GB/T 6680 的规定采样。采样总体积不少于 250mL (液体二苯胺) 或 100g，将样品混合均匀后分别装于两个清洁、干燥的试样瓶中，贴上标签。一瓶供分析检验用，另一瓶保存备查。

5.4 检验结果的判定采用 GB/T 8170 修约值比较法进行。检验结果中如有一项任何指标不符合本标准要求时，则应重新自两倍量的包装中采样进行复检，复检结果即使只要一项指标不符合本标准的要求，则整批产品应做不合格处理。

6 标志、包装、运输与贮存

6.1 标志

6.1.1 工业用二苯胺包装容器上应有牢固的标志，其内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产厂名称、厂址；
- c) 批号或生产日期；
- d) 净含量；
- e) 标准编号；
- f) 符合二苯胺的危险特性¹⁾及 GB 190 规定的“杂项危险物质和物品”的标志。

6.1.2 每批出厂的工业用二苯胺都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 产品名称；
- c) 批号或生产日期；
- d) 产品质量检验结果或检验结论；
- e) 标准编号。

6.2 包装

工业用二苯胺产品固体装于内衬黑色塑料薄膜袋的塑纸复合袋。液体用槽车，也可根据用户要求采取其他包装方式。

6.3 运输

运输过程中要确保容器不泄漏、不倒塌、不坠落、不损坏；运输途中应严防日晒雨淋；搬运时应轻装轻卸，防止包装及容器损坏。在运输和装卸过程中按照危险货物运输的有关规定进行。

6.4 贮存

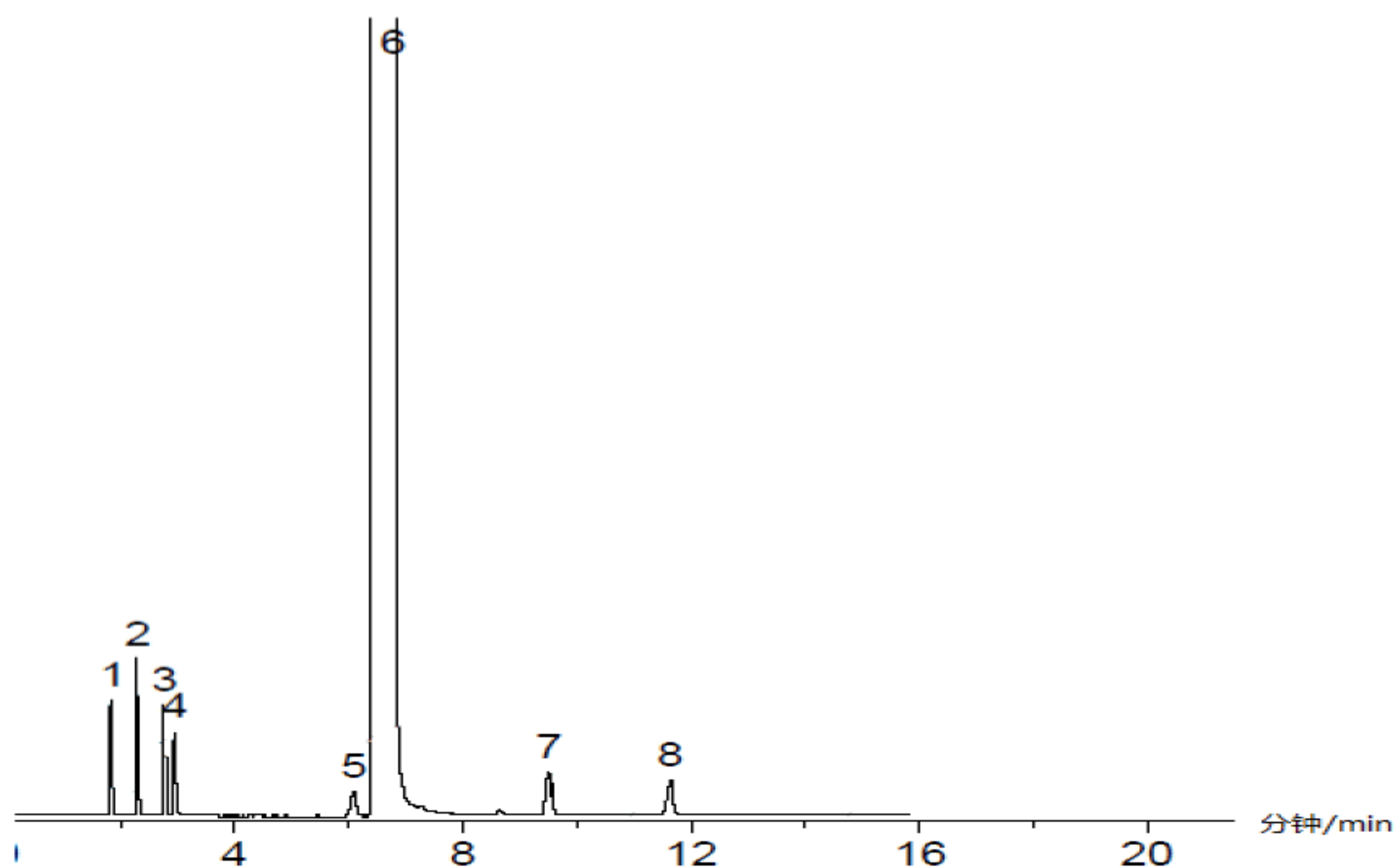
工业用二苯胺应贮存于阴凉、干燥、通风处，远离火源、热源，避免暴晒、雨淋。应与强氧化剂、强酸等分开存放，不应混贮。

1) 本产品有关安全信息的提示参见附录B。

附 录 A
(规范性附录)
二苯胺含量测定的典型色谱图和相对保留值

A.1 工业用二苯胺含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图A.1。



说 明:

- 1—苯胺;
- 2—2-乙基苯胺;
- 3—喹啉;
- 4—吲哚;
- 5— 未知物1
- 6——二苯胺。
- 7——未知物2;
- 8—吡啶。

图A.1 工业用二苯胺含量测定的典型色谱示意图

A.2 相对保留值

各组分的相对保留值见表A.1

表A.1 各组分的相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	苯胺	0.27
2	2-乙基苯胺	0.34
3	喹啉	0.41
4	吡啶	0.44
5	未知物1	0.91
6	二苯胺	1.00
7	未知物2	1.42
8	吡啶	1.74

附 录 B
(规范性附录)
安全

B.1 危险警告

工业用二苯胺接触后可引起头痛、头昏、恶心、呕吐等症状。二苯胺遇明火、高热可燃。

B.2 安全措施

灭火剂：泡沫、二氧化碳、干粉、沙土、雾状水
