

ICS 87.060.10  
G 56



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 9335—2001

---

## 硝基苯

Nitrobenzene

2001-07-13 发布

2002-02-01 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准是等效采用日本工业标准 JIS K 4108—1995《硝基苯类》，是对强制性国家标准 GB 9335—1988《硝基苯》的修订。

本标准与 JIS K 4108—1995 的主要差异：

——本标准色谱法的固定液为甲基硅油(I)，JIS K 4108 的固定液为甲基硅氧烷。

——本标准设优等品和一等品两个等级，JIS K 4108 没有分级。

本标准与 GB 9335—1988 的主要差异：

——本标准色谱柱所用载体粒度为 177  $\mu\text{m}$ ~250  $\mu\text{m}$ ，GB 9335—1988 标准色谱载体粒度为 149  $\mu\text{m}$ ~177  $\mu\text{m}$ 。

——本标准定量方法用峰面积归一法，GB 9335—1988 定量方法用峰高归一法。

本标准自发布之日起，同时代替 GB 9335—1988。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国石化集团南京化工厂、沈阳化工研究院。

本标准主要起草人：梁智顺、沈日炯。

本标准于 1988 年首次发布为强制性国家标准 GB 9335—1988。

本标准由全国染料标准化技术委员会负责解释。

## 硝 基 苯

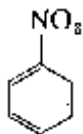
代替 GB 9335—1988

Nitrobenzene

## 1 范围

本标准规定了硝基苯的要求、采样、分析步骤、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存等。该产品主要用于染料、农药、橡胶促进剂、医药、香料和炸药等的生产。

结构式：



分子式： $C_6H_5NO_2$

相对分子质量：123.11(按 1997 年国际相对原子质量)

## 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2385—1992 染料中间体结晶点测定通用方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 9722—1988 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 13753—1992 染料中间体水分测定通用方法 卡尔·费休法及卡尔·费休改良法

## 3 要求

硝基苯应符合表 1 的要求。

表 1 硝基苯的质量要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
外观	浅黄色液体	
干品结晶点,℃	≥ 5.5	5.4
纯度,%	≥ 99.8	99.5
低沸物,%	≤ 0.1	0.1
硝基甲苯总量,%	≤ 0.1	0.1
高沸物,%	≤ 0.1	0.1
水分,%	≤ 0.1	0.1

## 4 采样

以批为单位采样。采样单元数应符合 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定。采样时用直径 15 mm、长 1 m 的干燥玻璃管,采取包括上、中、下三部分的样品,所采样品总量不得少于 500 g。将采取的样品仔细混合均匀后,分装于两个清洁干燥的磨口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:产品名称、批号、生产厂名称、采样日期。一瓶供检验,另一瓶保存备查。

## 5 分析步骤

除另有说明,本标准所用试剂均指分析纯试剂。检验结果的判定按 GB/T 1250—1989 规定的修约值比较法进行。

### 5.1 外观

用目视法观测评定。

### 5.2 干品结晶点的测定

干品结晶点的测定按 GB/T 2385 规定的方法进行。

取 30 mL 硝基苯试样于 125 mL 的有盖广口瓶中,用经 550℃活化 2 h 的 3A 分子筛 10 g 干燥 30 min,取上层清液测定结晶点。

### 5.3 硝基苯纯度及有机杂质的色谱法测定

#### 5.3.1 方法提要

硝基苯试样进入色谱系统后,在合适的色谱操作条件下,各组分得到分离,经氢火焰离子化检测器检测,用峰面积归一定量。

#### 5.3.2 仪器

- a) 气相色谱仪:灵敏度及稳定性符合 GB/T 9722 的规定。
- b) 色谱柱:内径 3 mm、长度 2 m 的不锈钢柱或玻璃柱。
- c) 检测器:氢火焰离子化检测器。
- d) 记录仪:色谱数据处理机。
- e) 进样器:1 μL 微量注射器。

#### 5.3.3 填充物

- a) 固定液:甲基硅油(I)<sup>1]</sup>。
- b) 载体:白色 101 硅烷化载体、粒度 149 μm~177 μm(100 目~80 目)。
- c) 涂渍度:固定液/载体=25/100。

#### 5.3.4 固定液的涂渍

称取 2.0 g 甲基硅油(I)于 250 mL 的烧杯中,加入 25 mL 乙醚使其溶解,将干燥的 8.0 g 载体缓缓倒入烧杯中完全浸润,浸泡 30 min 后,在红外灯下加热挥发溶剂,使涂渍均匀。溶剂挥发干后,在 100℃的烘箱中干燥约 30 min。

#### 5.3.5 填充方法

将色谱柱接检测器的一端接上真空泵,在另一端缓缓装入刚干燥好的固定相,使色谱柱填充均匀紧密(装柱量约 5 g),将填充好的色谱柱两端塞上玻璃棉,备老化。

#### 5.3.6 色谱柱的老化

将填充好的色谱柱装入色谱仪柱箱中,在氮气流量约 10 mL/min、柱箱温度 200℃下老化约 8 h,老化时色谱柱应和检测器断开。

采用说明:

1] 日本工业标准固定液采用甲基硅氧烷。

### 5.3.7 色谱操作条件

柱箱温度:165℃;

检测温度:260℃;

汽化温度:260℃;

载气(氮气)流量:25 mL/min;

燃烧气(氢气)流量:30 mL/min;

助燃气(空气)流量:400 mL/min;

进样量:0.4 μL;

定量方法:峰面积归一法;

纸速:300 mm/h;

分辨率:1.0 以上(以硝基苯峰与邻硝基甲苯峰计)。

根据本标准的要求选择合适的色谱操作条件。

### 5.3.8 相对校正因子的测定

#### 5.3.8.1 校准混合溶液的配制

##### a) 试剂

苯;

硝基苯:在本标准试验条件下无杂质检出;

邻硝基甲苯;

对硝基甲苯;

间二硝基苯。

##### b) 单一校准溶液的配制

按表 2 的要求称取各种试剂(精确至 0.000 2 g)于清洁干燥的 25 mL 容量瓶中,用硝基苯溶解并稀释至刻度。单一校准溶液的使用期为三个月。

表 2 单一校准溶液的配制

单一校准溶液名称	A	B	C	D
试剂名称	苯	邻硝基甲苯	对硝基甲苯	间二硝基苯
试剂质量/g	0.30	0.30	0.30	0.30
稀释后体积/mL	25	25	25	25

##### c) 校准混合溶液的配制

按表 3 的要求分别用移液管吸取单一校准溶液于清洁干燥的已知质量的 10 mL 容量瓶中,用硝基苯稀释至刻度,混匀,称取溶液的质量(精确至 0.001 g)。校准混合溶液的使用期为一个月。

表 3 校准混合溶液的配制 mL

单一校准溶液名称	单一校准溶液加入量				
	1	2	3	4	5
A	0.25	0.50	0.75	1.0	1.25
B	0.25	0.50	0.75	1.0	1.25
C	0.25	0.50	0.75	1.0	1.25
D	0.50	1.0	1.5	2.0	2.5
稀释后体积	10	10	10	10	10

5.3.8.2 相对校正因子的测定

启动色谱仪,操作条件稳定后,分别吸取 0.4 μL 校准混合溶液进样,出峰完毕后,根据校准混合溶液各组分的峰面积及相应的质量进行相对校正因子的计算。硝基苯峰作为参考峰,相对校正因子计算公式如下:

$$f_i' = \frac{m_i A_s}{m_s A_i} \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $f_i'$ ——组分 i 的相对校正因子;  
 $m_i$ ——组分 i 的质量,mg;  
 $A_i$ ——组分 i 的峰面积,mm<sup>2</sup>;  
 $m_s$ ——硝基苯的质量,mg;  
 $A_s$ ——硝基苯的峰面积,mm<sup>2</sup>。

注:相对校正因子可由色谱数据处理机进行运算。

5.3.9 检验步骤

启动仪器,操作条件稳定后,吸取 0.4 μL 硝基苯试样进样,出峰完毕后,各组分的质量分数(%),按下式计算:

$$x_i = \frac{r_i f_i' A_i}{\sum_{i=1}^n (r_i f_i' A_i)} \times (100 - W) \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $x_i$ ——组分 i 的质量分数,%;  
 $r_i$ ——组分 i 的峰面积衰减倍数;  
 $f_i'$ ——组分 i 的相对校正因子;  
 $A_i$ ——组分 i 的峰面积,mm<sup>2</sup>;  
 $W$ ——由 4.4 测得的水分质量分数,%。

其中,硝基苯峰之前的组分总称为低沸物,相对校正因子以苯的计;硝基甲苯峰之后直至与硝基苯峰的相对保留时间为 4 处的组分总称为高沸物,相对校正因子以间二硝基苯的计。

硝基苯两次平行测定结果之差应不大于 0.2%。取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

5.3.10 色谱图例

本标准规定的色谱操作条件下,硝基苯主要组分色谱峰及相对保留时间  $t_r'$ ,见表 4。

表 4 主要组分色谱峰及相对保留时间

峰号	1	2	3	4	5
组分	苯	硝基苯	邻硝基甲苯	对硝基甲苯	间二硝基苯
$t_r'$	0.24	1.0	1.3	1.5	3.7

色谱图图例见图 1:

5.4 水分的测定

水分的测定按 GB/T 13753 规定的方法。

仲裁时,采用卡尔·费休法。

6 检验规则

6.1 检验分类

表 1 规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 生产厂检验

硝基苯应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂的硝基苯都符合本标准的要求。

### 6.3 复验

检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装容器中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品不能验收。

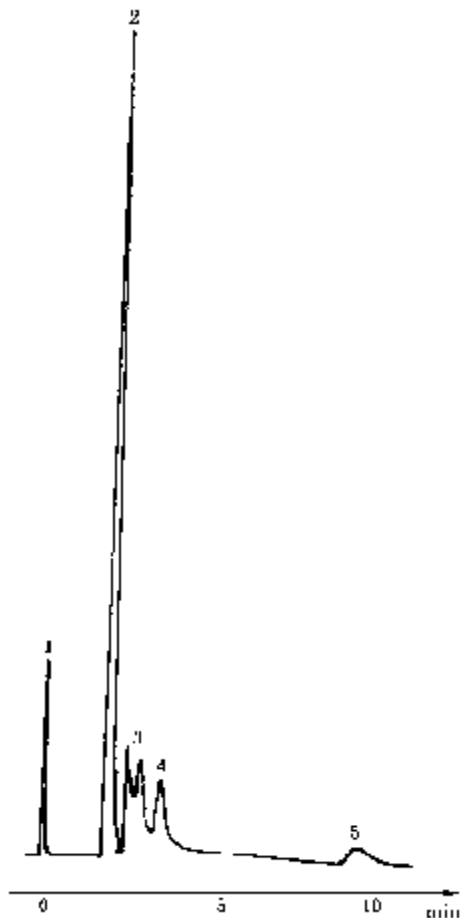


图 1 硝基苯色谱图

## 7 标志、标签、包装、运输和贮存

### 7.1 标志、标签

硝基苯每个包装容器上都应有牢固、清晰的标志,注明:产品名称、等级、注册商标、净含量、生产厂名称、厂址、标准编号、批号、生产日期、产品质量检验合格的证明,并按照 GB 190 的规定标明警示标志。也可将批号、生产日期、产品质量检验合格的证明打印在标签上。

### 7.2 包装

硝基苯用清洁、干燥的钢桶包装或槽车装运。用钢桶包装时,每桶净含量 100 kg 或 200 kg。其他包装可与用户协商确定。

### 7.3 运输

硝基苯运输时应防止日晒雨淋,搬运时应轻取轻放。

### 7.4 贮存

硝基苯应贮存于阴冷干燥处,不得接近火源。