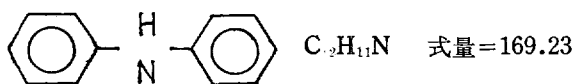


Testing Method for Industrial Diphenylamine (N-phenylbenzeneamine)



1. 適用範圍：本標準規定工業用二苯胺之檢驗方法。
2. 抽 樣：
 - 2.1 每批隨機抽選 8 個容器如一批只含 8 個或不足 8 個容器者，則予全部抽選。
 - 2.2 樣品製備：自每個被抽選之容器中各抽取約 60 公克之樣品，合成其樣品總量約 500 公克，並將樣品混合均勻，按規定標示及密封送檢。
3. 檢 驗：
 - 3.1 凝固點：
 - 3.1.1 樣品之乾燥：取 80~100 公克的樣品碾成粉末（可通過 CNS 386 試驗篩孔徑 16 公釐）在 40°C 下乾燥 4 小時，或是將樣品熔融並加入 20 公克無水氯化鈣或硫酸鈉，在 80°C 下攪拌此混合物 15 分鐘，靜置待鹽類凝固後，將熔融之二苯胺倒出。
 - 3.1.2 凝固點測定裝置如圖所示：所用之標準溫度計（美國測料協會標準第 92C 號）（註 1）溫度範圍 40~70°C，試驗時溫度計浸入樣品內部約七十六公釐。
 - 3.1.3 操作：將乾的樣品置於內層之試管熔融後將試管置於上述之裝置中，調整溫度計，使溫度計之水銀球沒於二苯胺之中間位置，以儀器之攪拌棒上下劇烈攪拌熔融之樣品，溫度先下降，當開始凝固時，溫度開始回升，約每 15 秒記錄一次溫度，直至最大之讀數記錄即為凝固點。
 - 3.2 不溶物質：溶解 25 公克的樣品於 100 毫升的苯（20°C 時比重 0.878）或者乙醚（20°C 時比重 0.717~0.723）中，用過濾坩堝過濾並用溶劑沖洗，將坩堝在 100°C 下乾燥一小時，並置於乾燥皿中冷卻，稱重，計算不溶物所占之百分率。
 - 3.3 水分：用直徑 4 公分之稱瓶稱取 4~6 公克粉末樣品，在 40°C 下，不加蓋加熱 4 小時，稱出失重即為所含之水分。
 - 3.4 酸鹼度：置 20 公克的樣品於 250 毫升有塞錐形燒瓶中，加入 50 毫升熱水，儘速蓋上蓋子，用力搖盪 10 分鐘，並冷卻至 25°C 然後過濾，得二苯胺留在瓶中，用 50 毫升的熱水，再萃取，將濾液併在一起，加入酚酞指示劑，並用 0.01N 碱（若事先確定為酸性）或 0.01N 酸（若事先確定為鹼性）滴定，另外取水作空白滴定校正酸鹼之誤差，再算出其酸鹼度以 [HCl（或 NaOH）計] 保留此溶液作苯胺之分析。
 - 3.5 苯胺、苯胺鹽和易氧化物質：用上項測定酸鹼度之溶液，以滴定法（註 2）測定出苯胺、苯胺鹽和易氧化物之量，首先用吸量管準確吸取 25 毫升的 0.10N 溴化鉀—溴酸鉀溶液移入裝有上述試液的有蓋錐形瓶中，冷卻至 15°C 加入 5 毫升的濃鹽酸，隔一分鐘後加入 10 毫升 10% KI 溶液，再用 0.10N 的硫代硫酸鈉滴定（以澱粉當指示劑），其次用 25 毫升的 0.10N 溴化鉀—溴酸鉀溶液作空白滴定。由以上硫代硫酸鈉用量差算出苯胺之量（二苯胺 25°C 下在 1000 毫升水中的溶解度也應一併考慮）。

$$\text{苯胺} = \frac{[(VN-UN)-0.033]1.551}{W}$$

V = 空白滴定所用之硫代硫酸鈉量（毫升）

U = 滴定試樣所用之硫代硫酸鈉量（毫升）

（共 2 頁）