

ICS 71.080.20; 71.080.40; 71.080.60; 71.080.99

G 17

备案号: 60628~60631—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5277~5280—2017

---

### 工业用丙二醇单丁醚、对氯三氟甲苯、 三氟乙酸 (TFA) 和工业用吡啶-2-甲酸 (2017)

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 录

HG/T 5277—2017	工业用丙二醇单丁醚 .....	( 1 )
HG/T 5278—2017	对氯三氟甲苯 .....	(13)
HG/T 5279—2017	三氟乙酸 (TFA) .....	(25)
HG/T 5280—2017	工业用吡啶-2-甲酸 .....	(39)

ICS 71.080.99  
G 17  
备案号: 60631—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5280—2017

---

### 工业用吲哚-2-甲酸

Indole-2-carboxylic acid for industrial use

2017-11-07 发布

2018-04-01 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技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本标准起草单位：安徽世华化工有限公司、安徽盛华橡塑有限公司、合肥万惠节能环保科技有限公司、安徽理工大学、江苏永达药业有限公司、安徽省质量和标准化研究院、安徽世华贸易有限公司、合肥工业大学、安徽省四维环境工程有限公司。

本标准主要起草人：王斌、孔令航、祝翠、凌俊杰、黄崑成、洪登华、张文秋、马祥梅、时小娅、邢宏龙、孔令翔、程晋一、李忠、石建军、王开松、孙徽。

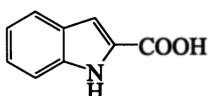
# 工业用吲哚-2-甲酸

## 1 范围

本标准规定了工业用吲哚-2-甲酸的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。  
本标准适用于邻硝基甲苯和草酸二乙酯为主要原料制得的工业用吲哚-2-甲酸。

分子式： $C_9H_7NO_2$

结构式：



相对分子质量：161.14（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/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- 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 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7531 有机化工产品灼烧残渣的测定
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 16631 高效液相色谱法通则

## 3 要求

3.1 外观：白色或类白色粉末。

3.2 工业用吲哚-2-甲酸的技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
吡啶-2-甲酸, $w/\%$	$\geq 98.0$
熔点范围/ $^{\circ}\text{C}$	204.0~208.0
水分, $w/\%$	$\leq 0.5$
灼烧残渣, $w/\%$	$\leq 0.5$

4 试验方法

4.1 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。

4.2 一般规定

4.2.1 试验方法中所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

4.2.2 试验方法中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

4.3 外观的测定

取适量样品，置于清洁、干燥的白色瓷盘中，在自然光线下目测观察。

4.4 吡啶-2-甲酸含量的测定（HPLC 法）

4.4.1 方法提要

采用高效液相色谱法，在选定的色谱条件下样品经流动相带入色谱柱，各组分在柱内被分离，并进入紫外检测器检测，用标准曲线法定量。

4.4.2 仪器设备

4.4.2.1 液相色谱仪：配有紫外检测器，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 16631 中有关规定。

4.4.2.2 检测器：多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器。

4.4.2.3 进样器：20  $\mu\text{L}$  微量注射器。

4.4.2.4 记录仪：色谱工作站或数据处理机。

4.4.2.5 分析天平：感量 0.1 mg。

4.4.3 试剂和溶液

4.4.3.1 吡啶-2-甲酸标准品：纯度不小于 99.0 %。

4.4.3.2 甲醇：色谱纯。

4.4.3.3 磷酸：优级纯。

4.4.3.4 水：一级。

4.4.3.5 吡啶-2-甲酸标准溶液：5 mg/mL。

准确称取 50 mg 吡啶-2-甲酸标准品（4.4.3.1），于 10 mL 容量瓶中用流动相溶解，定容至刻度。

4.4.4 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 2，典型色谱图和各组分相对保留值参见附录 A 中图 A.1 和表 A.1，其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

表 2 推荐的色谱柱及典型色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	十八烷基硅烷键合硅胶
柱长×内径，粒径	250 mm×4.6 mm，5 μm
流动相	甲醇：水=65：35（体积比，磷酸调 pH=3.0）
流速	1.0 mL/min
检测波长	254 nm
柱温	30 ℃
进样量	20 μL

4.4.5 分析步骤

取 650 mL 甲醇，加水稀释至 1 000 mL，用磷酸调节 pH 值至 3.0，配制成流动相，使用前用 0.45 μm 滤膜过滤。

准确吸取标准溶液 0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL、1.2 mL、1.4 mL，于 10 mL 容量瓶中用流动相稀释成浓度分别为 0.3 mg/mL、0.4 mg/mL、0.5 mg/mL、0.6 mg/mL、0.7 mg/mL 的吡啶-2-甲酸标准溶液，在上述色谱条件下，待仪器基线稳定后注入标准系列溶液，记录色谱峰面积。以吡啶-2-甲酸的质量浓度（mg/mL）为横坐标、相应的色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

准确称取 50 mg 试样，用流动相溶解并稀释至 100 mL，摇匀。待仪器稳定后，用注射器进样 20 μL，待组分流出完毕后，用数据处理机进行结果处理。

4.4.6 结果计算

吡啶-2-甲酸含量的质量分数  $w$ ，按公式（1）计算：

$$w = \frac{cV}{1\,000m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $c$ ——由标准曲线查出试样溶液中吡啶-2-甲酸的浓度的数值，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- $V$ ——试样总稀释体积的数值，单位为毫升（mL）；
- $m$ ——试料的质量的数值，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 0.3 %。

4.5 熔点范围的测定

按 GB/T 617 的规定进行测定。

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 0.3 ℃。

#### 4.6 水分的测定

按 GB/T 6283 的规定进行测定。

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 0.02 %。

#### 4.7 灼烧残渣的测定

按 GB/T 7531 的规定进行测定。

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 0.02 %。

### 5 检验规则

#### 5.1 出厂检验

表 1 规定的全部项目为出厂检验项目。

#### 5.2 组批规则

本产品以同等质量的均匀产品为一批，可按产品贮罐组批，或按生产周期组批。

#### 5.3 采样

按 GB/T 6678、GB/T 6679 的规定采样。以批为单位采样，采样量不少于 100 g。分装于两个清洁、干燥的采样袋中，密封，贴上标签，标签上应注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期及采样人姓名。一份由检验部门检验，另一份密封保存备查。

#### 5.4 合格判定

检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。出厂检验结果全部符合表 1 的要求时，判定该批产品合格。该批产品检验结果若有一项指标不符合表 1 的要求，应重新从同批产品两倍量的包装中采样进行全项目复检，复检结果即使只有一项指标不符合表 1 的要求，则判定该批产品不合格。

### 6 标识、包装、运输和贮存

#### 6.1 标识

##### 6.1.1 外包装上应有清晰、牢固的标识，其内容应包括：

- a) 产品名称；
- b) 标准号；
- c) 生产厂名称；
- d) 厂址；
- e) 批号和生产日期；
- f) 净含量；
- g) 按 GB/T 191 的规定标明“怕晒”“怕雨”等标志。

##### 6.1.2 生产厂应保证每一批出厂的产品都符合本标准的要求，并附有一定格式的质量合格证明书，其内容应包括：

- a) 产品名称；



- b) 标准号;
- c) 生产厂名称;
- d) 批号和生产日期;
- e) 净含量。

## 6.2 包装

应用清洁、干燥的双层黑色塑料袋密封，再装入符合要求的包装桶中，每袋净含量 25 kg。也可根据用户要求采取其他包装方式。

## 6.3 运输

可采用一般运输工具运输，运输工具应清洁、卫生，不得与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发或有异味的物品混装运输。

## 6.4 贮存

6.4.1 应贮存于阴凉、通风的仓库内，远离火种、热源，防止阳光直射。

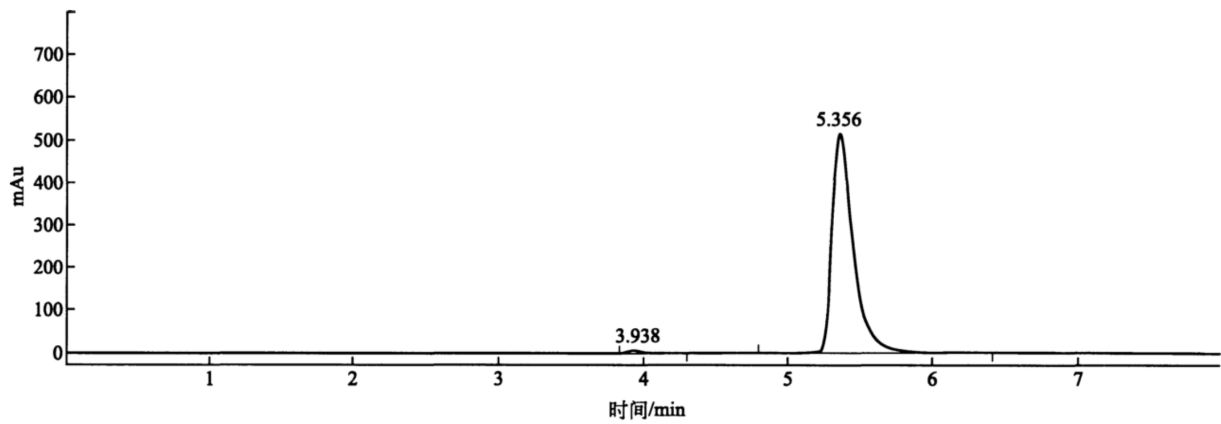
6.4.2 不应与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发或有异味的物品同库贮存。

附 录 A  
(资料性附录)

工业用吡啶-2-甲酸含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 工业用吡啶-2-甲酸含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 3.938 min——草酸二乙酯；
- 5.356 min——吡啶-2-甲酸。

图 A.1 工业用吡啶-2-甲酸含量测定的典型色谱图

A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

序号	保留时间/min	相对保留值
1	3.938	0.735
2	5.356	1.000

中华人民共和国  
化工行业标准  
工业用丙二醇单丁醚、对氯三氟甲苯、  
三氟乙酸 (TFA) 和工业用吡啶-2-甲酸  
(2017)

HG/T 5277~5280—2017

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 3½ 字数 79.4 千字

2018 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·2456

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：50.00 元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年2月18日

