

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 56

备案号: 60646—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5293—2017

苯 乙 酸

Phenylacetic acid

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《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》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。

本标准由全国染料标准化技术委员会（SAC/TC134）归口。

本标准起草单位：沈阳化工研究院有限公司、江苏必康制药股份有限公司、河北诚信有限责任公司、国家染料质量监督检验中心。

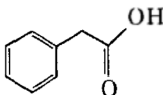
本标准主要起草人：申银山、吕双、周新基、陆建兵、刘少华、沈日炯。

苯 乙 酸

1 范围

本标准规定了苯乙酸的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于苯乙酸产品的质量控制。

结构式：



分子式：C₈H₈O₂
相对分子质量：136.15（按 2013 年国际相对原子质量）
CAS RN：103-82-2

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 2386—2014 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 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

3 要求

苯乙酸的质量应符合表 1 的要求。

表 1 苯乙酸的质量要求

序号	项 目	指 标		试验方法章条号
		一等品	合格品	
1	外观	白色或类白色片状结晶		5.3
2	苯乙酸的质量分数/%	≥99.00	≥98.00	5.4
3	苯乙酸的纯度/%	≥99.50	≥99.00	5.5
4	水分的质量分数/%	≤0.80	≤1.00	5.6

4 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，采样时不应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，所采样品总量应不少于 500 g。将采取的样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、密封良好的避光容器中，其上粘贴标签，注明产品名称、批号、生产厂名称、采样日期、地点。一个供检验，另一个保存备查。

5 试验方法

5.1 警告

使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。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。

5.2 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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备与标定。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

5.3 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

5.4 苯乙酸的质量分数的测定

5.4.1 测定原理

在乙醇溶液中，苯乙酸与氢氧化钠发生酸碱反应，以酚酞为指示剂，溶液由无色变为微红色即为终点。

5.4.2 试剂和溶液

5.4.2.1 95 %乙醇。

5.4.2.2 酚酞指示剂：10 g/L 乙醇溶液。

5.4.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.10 \text{ mol/L}$ 。

5.4.3 测定步骤

称取约 0.3 g（精确至 0.000 1 g）试样，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 50 mL 95 %乙醇，试样完全溶解后，加入 2 滴酚酞指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液进行滴定，溶液由无色变为微红色，并保持 30 s 不褪色即为终点。

在相同条件下做空白试验。

5.4.4 结果计算

苯乙酸的质量分数以 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{c(V - V_0)M}{m \times 1000} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

M ——苯乙酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) [$M(\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_2)=136.15$]；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

计算结果保留到小数点后 2 位。

5.4.5 允许差

苯乙酸的质量分数两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.5 % (质量分数)，取其算术平均值作为测定结果。

5.5 苯乙酸的纯度的测定

5.5.1 测定原理

采用反相高效液相色谱法对苯乙酸及其有机杂质进行分离，使用紫外检测器进行检测，苯乙酸的纯度用峰面积归一化法定量。

5.5.2 仪器设备

5.5.2.1 液相色谱仪：输液泵流量范围 0.1 mL/min~5.0 mL/min，在此范围内其流量稳定性为 $\pm 1\%$ ；检测器为多波长紫外分光检测器或具有同等性能的分光检测器。

5.5.2.2 色谱柱：长为 150 mm、内径为 4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 C_{18} ODS，粒径 3 μm 。

5.5.2.3 色谱工作站或积分仪。

5.5.2.4 平头微量注射器：25 μL 。

5.5.2.5 超声波发生器。

5.5.3 试剂和溶液

5.5.3.1 甲醇：色谱纯。

5.5.3.2 缓冲盐水溶液：称取 5 g 磷酸二氢钾、1.28 g 磷酸二氢钠，溶于 1 L 水中，用磷酸调 $\text{pH} \approx 3$ 。

5.5.3.3 水：经 0.45 μm 膜过滤。

5.5.4 色谱操作条件

5.5.4.1 流动相：甲醇与缓冲盐水溶液的体积比 = 60 : 40。

5.5.4.2 波长：254 nm。

5.5.4.3 流量：0.6 mL/min。

5.5.4.4 进样量：5 μL 。

5.5.4.5 柱温：室温。

5.5.4.6 可根据不同仪器设备选择最佳分析条件，流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。

5.5.5 苯乙酸试样溶液的制备

称取 25 mg (精确至 1 mg) 试样于 25 mL 棕色容量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，混合均匀，

于超声波发生器中振荡、充分溶解，备用。

5.5.6 测定步骤

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 5 μL 试样溶液注入进样阀中，待最后一个组分流出完毕（见图 1），用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.5.7 结果计算

苯乙酸的纯度以 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_1 ——试样溶液中苯乙酸的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样溶液中苯乙酸及其有机杂质的峰面积之和。

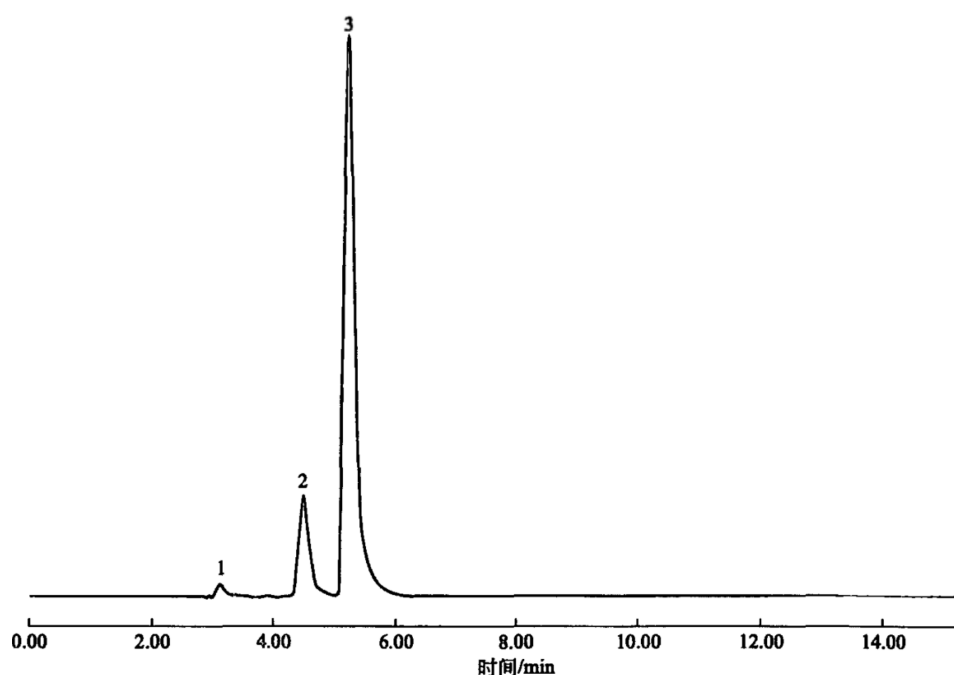
计算结果保留到小数点后 2 位。

5.5.8 允许差

苯乙酸的纯度两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.20 %，取其算术平均值作为测定结果。

5.5.9 色谱示意图

色谱示意图见图 1。



说明：

- 1 溶剂；
- 2 未知物；
- 3 苯乙酸。

图 1 苯乙酸高效液相色谱示意图

5.6 水分的测定

按 GB/T 2386—2014 中 3.4 “卡尔·费休法及卡尔·费休改良法”的规定进行。称取 1.0 g (精确至 0.000 1 g) 样品, 溶剂为甲醇。

水分两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.1 % (质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

苯乙酸应由生产厂的质量检验部门检验合格, 附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的苯乙酸都符合本标准的要求。

6.3 复验

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的规定, 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一项指标不符合本标准的要求, 则整批产品不合格。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志

苯乙酸的每个包装上都应涂上牢固、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) 净含量。

7.2 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。

7.3 包装

苯乙酸装于内衬塑料袋的编织袋中, 每袋净含量 25 kg \pm 0.2 kg 或 50 kg \pm 0.5 kg, 其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

运输时防止曝晒、雨淋。搬运中需小心轻放。

7.5 贮存

苯乙酸应贮存于阴凉、干燥并具有良好通风的库房内，切勿暴晒和雨淋，并远离火源和热源。
