

ICS 59.060.20

W 52

团 体 标 准

T/CCFA 01048-2021

工业级苯甲酸

Industry Grade Benzoic Acid

2021-03-29 发布

2021-05-01 实施

中国化学纤维工业协会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国化学纤维工业协会提出。

本文件由中国化学纤维工业协会标准化技术委员会负责归口。

本文件起草单位：江苏江苏嘉通能源有限公司、英威达管理（上海）有限公司、泰兴市福昌环保科技有限公司、上海炼升化工股份有限公司、澄星集团汉邦（江阴）石化有限公司、浙江大学、中国化学纤维工业协会。

本文件主要起草人：樊杰、于忠明、杜群龙、沈建东、朱根才、崔甲军、成有为、刘世扬、翟佳琴、靳高岭、杨涛、宁翠娟、袁野。

工业级苯甲酸

警告：试验方法规定的一些试验过程，以及运输和贮存等过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和健康措施。

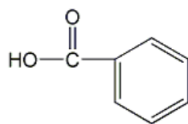
1 范围

本文件规定了工业级苯甲酸的产品分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和安全要求。

本文件适用于在精对苯二甲酸(PTA)产品生产过程中氧化残渣回收工艺所产生的工业级苯甲酸。该产品主要用于生产染料载体、增塑剂等，也用于酯类、涂料的性能改进，不适用于食品和医药等领域。

分子式： $C_7H_6O_2$

结构简式：



相对分子质量：122.12(按 2018 国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 试验中所用制剂及制品的制备
- GB 1886.183-2016 食品安全国家标准 食品添加剂 苯甲酸
- GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则
- GB/T 6678 化工产品采样原则
- 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实验方法
- GB/T 8170 数值修约规则和极限数值的表示和判定
- GB 30921.3 工业用精对苯二甲酸(PTA)试验方法_第 3 部分：水含量的测定

3 产品分类

工业级苯甲酸分为优等品、一等品和合格品三个等级。

4 技术要求

工业级苯甲酸应符合表 1 的技术要求。

表 1 工业级苯甲酸的技术要求

| 项目 | 指标 | | |
|--------------------|--------|--------|-------|
| | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
| 外观 | 白色片状 | 白色偏黄片状 | 淡粉色片状 |
| 苯甲酸（以干基计）， w/% | ≥ 90 | 87 | 85 |
| 重金属（以 Pb 计）， mg/kg | ≤ 10 | 20 | 25 |
| 卤化物（以 Cl 计）， mg/kg | ≤ 150 | 200 | 300 |
| 灼烧残渣， w/% | ≤ 0.05 | 0.10 | 0.20 |
| 水分， w/% | ≤ 0.10 | 0.13 | 0.20 |

5 试验方法及结果

5.1 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。分析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、GB/T 603 的规定制备。

5.2 外观

将适量试样均匀地分布于白色器皿或滤纸上，进行目测。

5.3 苯甲酸（高效液相色谱法）

5.3.1 方法提要

用适量甲醇溶解样品，经微孔滤膜过滤后用微量注射器将苯甲酸试样注入高效液相色谱仪中，采用高效液相色谱柱，以 0.1% 三氟乙酸（TFA）水溶液和甲醇为流动相，对试样中的有机酸进行分离，用紫外检测器进行检测，用外标法计算有机酸含量，再用 100% 减去有机酸总量得到苯甲酸纯度。

5.3.2 试剂与材料

5.3.2.1 甲醇：高效液相色谱（HPLC）级。

5.3.2.2 三氟乙酸（TFA）：高效液相色谱（HPLC）级。

5.3.2.3 水：符合 GB/T 6682 中规定的一级水

5.3.2.4 0.1% 三氟乙酸（TFA）水溶液：以三氟乙酸和水配制成体积比为 1：1000 的溶液。

5.3.2.5 微孔滤膜：0.22 μm。

5.3.2.6 偏苯三甲酸（TMA）标准样品

5.3.2.7 邻苯二甲酸（OPA）标准样品

5.3.2.8 对苯二甲酸（TA）标准样品

5.3.2.9 对羧基苯甲醛（4-CBA）标准样品

5.3.2.10 间苯二甲酸（IPA）标准样品

5.3.2.11 对甲基苯甲酸（p-TOL）标准样品

5.3.2.12 有机酸标准液按以下方法配置：

a) 储备溶液（1）1000mg/L 4-CBA

称取约 0.1g 的 4-CBA（精确至 0.0001g）至 100ml 玻璃烧杯中，并记录重量。加入 60ml 甲醇并超声至完全溶解，转移至 100ml 容量瓶中，用水定容至刻度。

b) 储备溶液（2）1000mg/L IPA、OPA、TA、TMA、p-TOL

分别称取约 0.1g 的 IPA、OPA、TA、TMA、p-TOL（精确至 0.0001g），至同一个 100ml 玻璃烧杯中。加入 60ml 甲醇并超声至完全溶解，转移至 100ml 容量瓶中，用水定容至刻度。

c) 标准溶液

分别移取适量储备溶液（1）和储备液溶液（2）至同一容量瓶中，用水定容至刻度，配制成含量分别为 5mg/L、10mg/L、25mg/L、50mg/L、100mg/L 和 200mg/L 的含有 4-CBA、IPA、OPA、TA、TMA 和 P-TOL 等有机酸组分的标准溶液。

注：有机酸标准溶液中 4-CBA 不稳定，配制后宜尽快使用。

5.3.3 仪器与设备

5.3.3.1 高效液相色谱仪：配置紫外检测器。

5.3.3.2 输液泵：高压平流泵。

5.3.3.3 分析天平：感量 0.0001g。

5.3.3.4 真空过滤器：配备孔径为 0.22 μm 的微孔滤膜。

5.3.3.5 超声波清洗器

5.3.3.6 pH 计：精度 0.01pH。

5.3.3.7 色谱柱：推荐的色谱柱见表 1。

5.3.4 典型操作条件

典型操作条件见表 1，色谱梯度见表 2，典型色谱图见图 1。

表 1 高效液相色谱法典型操作条件

| 检测方法 | 高效液相色谱法 |
|----------|-----------------------|
| 色谱柱 | Poroshell 120 |
| 填料 | SB-C18 |
| 粒径 | 2.7 μm |
| 内径 | 3.0mm |
| 柱长 | 100mm |
| 流速 | 0.8mL/min |
| 检测波长 | 240nm |
| 进样量 | 2 μL |
| 柱温（烘箱温度） | 40 $^{\circ}\text{C}$ |

表 2 液相色谱法梯度

| 时间 (min) | 流动相 B (甲醇) % |
|------------|--------------|
| 0 | 10 |
| 4 | 30 |
| 7 | 60 |
| 10 | 60 |
| 后运行时间 5min | |

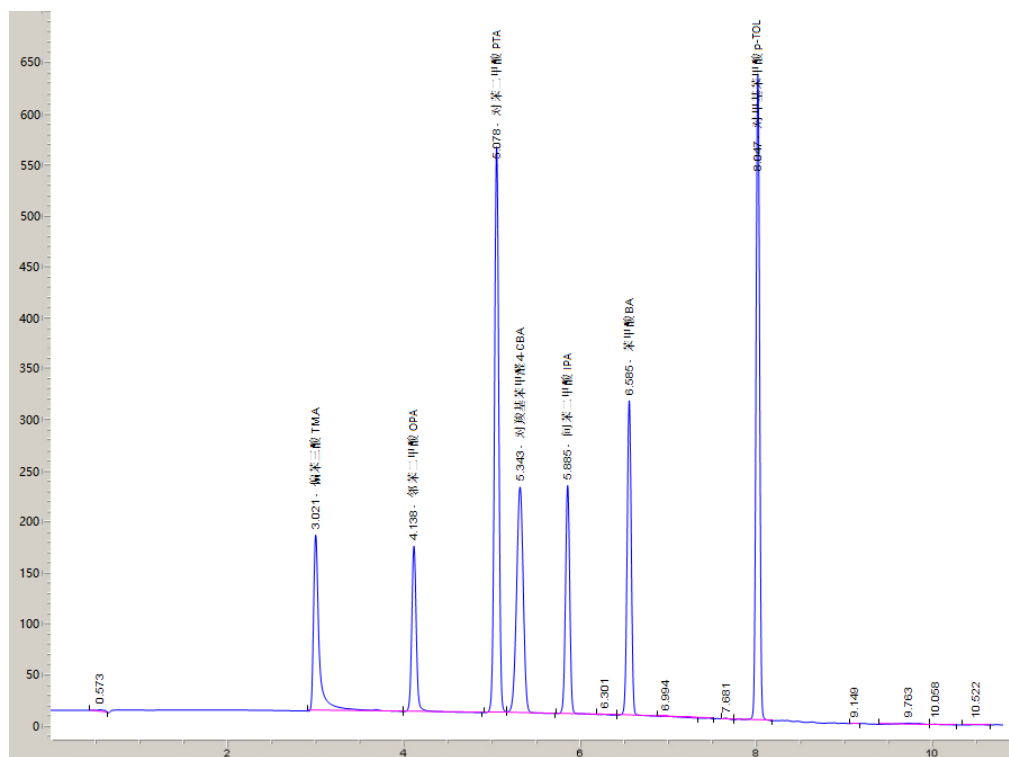


图 1 有机酸标样高效液相色谱法典型色谱图

5.3.5 采样

按照 GB/T 3723 和 GB/T 6679 规定的要求采取样品。

5.3.6 测定步骤

5.3.6.1 设定操作条件

开启色谱仪并进行必要的调试，以达到表 1 所示的操作条件或能获得同等分离的其他适宜条件。待基线稳定后可开始进行样品的测定。

注：新色谱柱达到平衡约需 4~6h，使用前应按照说明书进行活化处理。

5.3.6.2 外标校准

将不同浓度的标准溶液依次注入液相色谱仪，记录各有机酸组分的峰高。以峰高为纵坐标，有机酸含量为横坐标，绘制标准曲线。

5.3.6.3 试样测定

称取 1g(精确至 0.0001g) 样品置于 100ml 容量瓶中，加 60ml 甲醇溶液超声至完全溶解，用水定容至刻度，作为试样测试溶液。取 2μL 试样测试溶液注入高效液相色谱仪进行分离测定，记录图谱，并由此得到待测试样中各有机酸的峰高值。

5.3.7 结果计算

试样中有机酸 i 的质量分数 w_i ，数值以百分比 (%) 表示，按式 (1) 计算：

$$w_i = \frac{H_i \times w_s \times V_i}{H_s \times m_i} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

H_s ——标准溶液中有有机酸 i 的峰高值；

H_i ——试样溶液中有有机酸 i 的峰高值；

w_s ——标准溶液中有机酸 i 的浓度，单位为毫克/升 (mg/L)；

V_i ——试样溶液的体积，单位为 (mL)；

m_i ——所称取试样的质量，单位为克 (g)。

试样中总有机酸的质量分数 $W_{总}$ ，单位以百分比 (%) 表示，按式 (2) 计算：

$$W_{总} = w_1 + w_2 + w_3 + w_4 + w_5 + w_6 \quad (2)$$

式中：

w_1 ——试样中偏苯三酸 (TMA) 的质量分数，单位为百分比 (%)；

w_2 ——试样中邻苯二甲酸 (OPA) 的质量分数，单位为百分比 (%)；

w_3 ——试样中对苯二甲酸 (TA) 的质量分数，单位为百分比 (%)；

w_4 ——试样中对羧基苯甲醛 (4-CBA) 的质量分数，单位为百分比 (%)；

w_5 ——试样中间苯二甲酸 (IPA) 的质量分数，单位为百分比 (%)；

w_6 ——试样中对甲基苯甲酸 (p-TOL) 的质量分数，单位为百分比 (%)；

试样中苯甲酸的质量分数 W_{BA} ，数值以百分比 (%) 表示，按式 3 计算：

$$W_{BA} = 100\% - w_{总} - w_{水} - w_{灼烧残渣} \quad (3)$$

式中：

$w_{总}$ ——试样中总有机酸的质量分数，单位为百分比 (%)；

$w_{水}$ ——试样中水分的质量分数，单位为百分比 (%)；

$w_{灼烧残渣}$ ——试样中灼烧残渣的质量分数，单位为百分比 (%)；

5.3.8 结果的表示

以两次重复测定结果的算术平均值报告其分析结果，按 GB/T 8170 的规定修约至 1%。

5.4 重金属 (以 Pb 计)

称取 1.0 g 样品，按 GB 1886.183-2016 中附录 A.6 的规定测定。对应优等品、一等品和合格品，铅标准溶液加入体积分别为 1.0mL、2.0mL 和 2.5mL。

5.5 卤化物 (以 Cl 计)

按 GB 1886.183-2016 中附录 A.7 的规定测定。对应优等品、一等品和合格品，氯化物 (CL) 标准溶液加入体积分别为 0.75mL，1.0mL 和 1.5mL。

5.6 灼烧残渣

称取 10g 试样，按 GB 1886.183-2016 中附录 A.9 的规定测定。

5.7 水分

按 GB/T 30921.3 规定测定，以卡尔·费休容量法为仲裁方法。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 本产品检验项目表 1 的全部项目均为出厂检验和型式检验项目。

6.1.2 有下列情况之一时，应进行型式检验：

a) 正常生产时每隔 1 个月；

- b) 关键生产工艺更新或主要设备发生更改;
- c) 主要原料有变化而影响产品质量;
- d) 停产又恢复生产;
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异。

6.2 组批

以同等质量、均匀的产品为一批,可按生产周期、生产班次或产品贮存料仓组批。

6.3 采样

按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6679 规定的技术要求采取样品。每批产品取 1kg~2kg 试样,作为检验和留样用。

6.4 判定规则

产品由质量检验部门按照第 5 章规定的方法进行检验,检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的全数值比较法进行。生产厂应保证所有出厂的产品质量符合本标准的要求。

6.5 复验规则

如果检验结果有不符合本标准要求时,应按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定重新抽取双倍量样品进行复检,复检结果如仍不符合本标准要求,则判定该批产品为不合格。

6.6 质量证明

每批出厂产品都应附有质量证明书,其内容包括:生产厂名称、产品名称、生产日期或批号和本标准编号等。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

包装储运图示标志应满足 GB/T 191 的有关规定。产品的外包装袋上应有明显的标志,标志内容包括商标、生产厂名、厂址、标准号、产品名称、生产日期或批号、等级和净含量。

7.2 包装

产品采用内衬塑料薄膜的包装袋包装,每袋净重 25kg。

7.3 运输

产品运输中应防火、防潮、防静电。搬运时应轻装轻卸,防止包装损坏。

7.4 贮存

产品存放在阴凉、通风、干燥的仓库内,应远离火种和热源,与氧化剂、酸碱类物品分开放,应防止日晒雨淋,不得露天堆放。

8 安全

苯甲酸为易燃物质,遇高热、明火或与氧化剂接触,有燃烧的危险,苯甲酸粉尘与空气可形成爆炸性混合物。因此,工作场所应采取必要的通风和防护措施,防止产品泄漏和粉尘积聚。