

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2306—2020

代替 HG/T 2306—2007

1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮

1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolone

2020-04-16 发布

2020-10-01 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。

本标准代替 HG/T 2306—2007 《1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮》。与 HG/T 2306—2007 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了本标准的适用范围（见第 1 章，2007 年版的第 1 章）；
- 增加了 CAS RN（见第 1 章）；
- 增加了纯度指标（见第 3 章）；
- 修改了外观的指标（见第 3 章，2007 年版的第 3 章）；
- 修改了外观的评定方法（见 5.3，2007 年版的 5.2）；
- 增加了熔点仪测定熔点的方法（见 5.4，2007 年版的 5.4）；
- 增加了纯度测定方法（见 5.5）；
- 删除了注册商标的内容（见 2007 年版的 7.1）。

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：南通醋酸化工股份有限公司、青岛海湾精细化工有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人：曹锦芳、杨杰民、罗芳、薛岩、刘芳、王俊凤、王明、蒲爱军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG 2-387—1966；HG/T 2306—1992；HG/T 2306—2007。

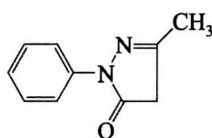
1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮

1 范围

本标准规定了 1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮的要求、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 1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮产品的质量控制。

结构式：



分子式：C₁₀H₁₀N₂O

相对分子质量：174.20（按 2015 年国际相对原子质量）

CAS RN：89-25-8

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 617—2006 化学试剂 熔点范围测定通用方法
- 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—2008 分析实验室用水规格和试验方法（mod ISO 3696:1987）
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮的质量要求

序号	项 目	指 标		试验方法章条号
		一等品	合格品	
1	外观	浅黄色结晶或均匀粉末		5.3
2	干品初熔点/℃	≥127.0		5.4
3	1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮的质量分数/%	≥98.50	≥98.00	5.5
4	1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮的纯度/%	≥99.50	≥99.00	5.6
5	加热减量的质量分数/%	≤0.50		5.7
6	盐酸溶液中的溶解性状	全溶	—	5.8

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 300 g。将采取的样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、密封良好的棕色瓶中，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。一个供检验用，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—2008 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 干品初熔点的测定

取本标准 5.7 测定后试样，按 GB/T 617—2006 的规定进行。

5.5 1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮的质量分数的测定

5.5.1 方法提要

1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮与亚硝酸钠标准滴定溶液在酸性条件下进行亚硝化反应，以淀粉-碘化钾试纸指示终点。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 盐酸溶液：盐酸与水的体积比为 1 : 1。

5.5.2.2 亚硝酸钠标准滴定溶液： $c(\text{NaNO}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

按 GB/T 601 的规定配制和标定，标定时用淀粉-碘化钾试纸指示终点。

5.5.2.3 淀粉-碘化钾试纸。

5.5.3 测定步骤

称取 0.3 g~0.4 g (精确至 0.000 1 g) 已研细的试样，置于 250 mL 烧杯中，加入 15 mL 盐酸溶液，待完全溶解后，加入 100 mL 水。控制溶液温度 $0^\circ\text{C} \sim 5^\circ\text{C}$ ，在搅拌下用亚硝酸钠标准滴定溶液滴定。滴定时将滴定管尖端插入液面下，近终点时将滴定管提出液面，用少量水将尖端洗涤，再逐滴加入，以淀粉-碘化钾试纸检验终点。当试液点在试纸上呈微蓝色并保持 5 min 不消失，即为终点。同时做空白试验。

5.5.4 结果计算

1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮的质量分数以 w_1 计，按公式 (1) 计算：

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

式中：

c ——亚硝酸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 ——试样消耗亚硝酸钠标准滴定的溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——空白试验消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

M ——1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) [$M(\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}) = 174.20$]；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；

1 000——体积换算系数。

计算结果保留到小数点后 2 位。

5.5.5 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.30% (质量分数)，取其算术平均值作为测定结果。

5.6 1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮的纯度的测定

5.6.1 测定原理

采用反相高效液相色谱法分离 1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮及其各有机杂质组分，经紫外检测器检测，用峰面积归一化法计算 1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮的纯度。

5.6.2 仪器设备

5.6.2.1 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：多波长紫外分光检测器或具有同等性能的其他分光检测器。

5.6.2.2 色谱柱：150 mm×4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 $5 \mu\text{m C}_{18}$ 。

5.6.2.3 色谱工作站或积分仪。

5.6.2.4 微量注射器或自动进样器。

5.6.2.5 分析天平：精度为 0.1 mg。

5.6.2.6 微孔过滤膜（水相）：孔径为 0.45 μm。

5.6.2.7 针式过滤器：孔径为 0.45 μm。

5.6.2.8 超声波发生器。

5.6.3 试剂和溶液

5.6.3.1 甲醇：色谱纯。

5.6.3.2 磷酸二氢钾水溶液：25 mmol/L。

5.6.3.3 水：经微孔过滤膜（水相）过滤。

5.6.4 色谱分析条件

5.6.4.1 流动相：甲醇与磷酸二氢钾水溶液的体积比为 30 : 70。

5.6.4.2 检测波长：240 nm。

5.6.4.3 流量：1.0 mL/min。

5.6.4.4 柱温：35 ℃。

5.6.4.5 进样量：5 μL。

5.6.5 试样溶液的制备

称取约 0.05 g（精确至 0.000 1 g）试样于 50 mL 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，冷却至室温，进样前用针式过滤器过滤。

5.6.6 测定步骤

可根据不同仪器设备选择最佳分析条件，流动相摇匀后应用超声波发生器进行脱气。开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后，用微量注射器或自动进样器吸取试样溶液注入进样阀中，待最后一个组分流出完毕（见色谱图 1），用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.6.7 结果计算

1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮的纯度以 w_2 计，按公式（2）计算：

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

式中：

A——试样中 1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中 1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮及其各有机杂质的峰面积之和。

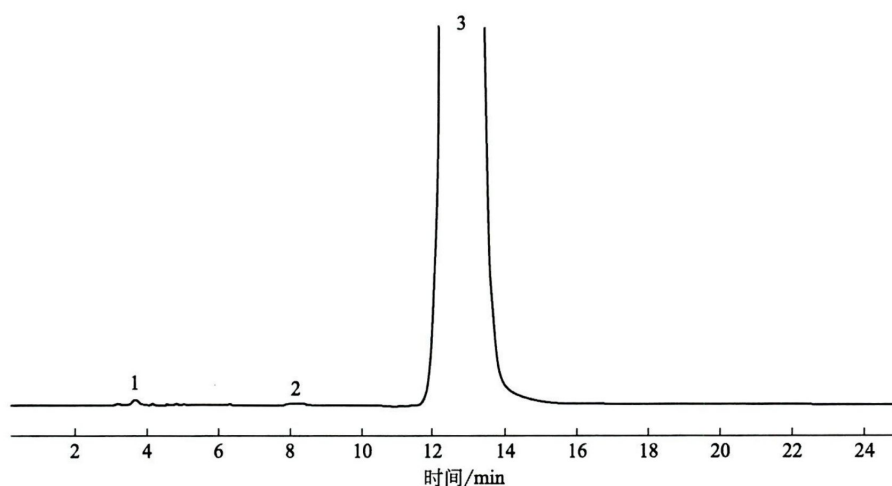
计算结果保留到小数点后 2 位。

5.6.8 允许差

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。

5.6.9 色谱示意图

色谱示意图如图 1 所示。



说明：

1——未知物；

2——未知物；

3——1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮。

图 1 1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮液相色谱示意图

5.7 加热减量的测定

称取试样质量为 5 g~10 g，烘干温度 $80\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，其余按 GB/T 2386—2014 中 3.2 “烘干法”的规定进行。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.05%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

5.8 盐酸溶液中的溶解性状的测定

5.8.1 试剂和溶液

盐酸溶液：盐酸与水的体积比为 1：6。

5.8.2 测定步骤

称取约 1 g（精确至 0.01 g）试样，放入 100 mL 烧杯中，加入 50 mL 盐酸溶液，边搅拌边加热至 $70\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，溶解后立即观察溶解性状。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的项目均为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮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 1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮产品均符合本标准的要求。

6.3 复检

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

1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮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

1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮产品应有标签，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

1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮用内衬塑料袋的编织袋或铁桶包装，每袋（桶）净含量 $25\text{ kg} \pm 0.25\text{ kg}$ ，其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

运输时应远离火源，搬运时应小心轻放，避免重压，以免包装损坏。

7.5 贮存

1-苯基-3-甲基-5-吡唑酮应贮存在清洁、干燥、通风的库房内，不应接近火源，防止受潮、受热。
