

ICS 71. 100. 01; 87. 060. 10

G 56

备案号: 36857—2012

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4295—2012

### 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮

5-Acetoacetylamino benzimidazolone

2012-05-24 发布

2012-11-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准依据 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分 标准的结构和编写》进行编制。

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:鞍山七彩化学股份有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:王贤丰、李春梅、阎龙。

5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮

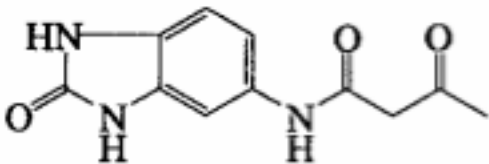
警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮的要求、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 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮的产品质量控制。

结构式:



分子式:C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>

相对分子质量:233.23(按 2007 年国际相对原子质量)

CAS RN: 26576-46-5

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,仅所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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq GB/T 603—2002,ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 1722—1992 清漆、清油及稀释剂颜色测定法

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

5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮的质量要求

| 项 目                            | 指 标           | 试验方法 |
|--------------------------------|---------------|------|
| (1) 外观                         | 白色至类白色或浅米黄色粉末 | 5.2  |
| (2) 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮的质量分数(HPLC)/% | ≥ 97.50       | 5.3  |
| (3) 5-氨基苯并咪唑酮的含量(HPLC)/%       | ≤ 0.15        | 5.3  |
| (4) 碱不溶物的质量分数/%                | ≤ 0.10        | 5.4  |
| (5) 碱溶色度(色阶号)                  | ≤ 5           | 5.5  |

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,所采样品的包装必须完好,采样时勿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、密封良好的容器中,其上粘贴标签。注明:产品名称、批号、生产厂名称、取样日期、地点。一个供检验,一个保存备查。

## 5 试验方法

### 5.1 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。试验中所用制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 603 的规定制备。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

### 5.2 外观的评定

在自然光线下采用目视评定。

### 5.3 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮及有机杂质含量的测定

#### 5.3.1 测定原理

采用反相高效液相色谱法,在  $C_{18}$  柱上,以甲醇和水溶液为流动相,分离 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮及有机杂质,经紫外检测器(254 nm)检测,用峰面积外标法计算 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮的质量分数,用面积归一化法测定 5-氨基苯并咪唑酮的含量。

#### 5.3.2 仪器设备

- a) 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分光检测器;
- b) 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 5  $\mu\text{m}$ ;
- c) 色谱工作站或积分仪;
- d) 平头微量注射器:10  $\mu\text{L}$ ;
- e) 超声波发生器;
- f) 分析天平:感量 $\pm 0.1$  mg。

#### 5.3.3 试剂和溶液

- a) 甲醇:色谱纯;
- b) 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮标准品:纯度 $\geq 99.0\%$ (质量分数);
- c) 缓冲盐水溶液:1 g/L 磷酸二氢钾,用磷酸调 pH $\approx 4$ 。
- d) 水:经 0.45  $\mu\text{m}$  膜过滤。

#### 5.3.4 色谱操作条件

- a) 流动相:甲醇与缓冲盐水溶液的体积比=15:85;
- b) 波长:290 nm;
- c) 流量:1.0 mL/min;
- d) 进样量:5  $\mu\text{L}$ ;
- e) 柱温:室温。

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。

#### 5.3.5 标准溶液的制备

准确称取 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮标准品约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)于小烧杯中,加少量甲醇溶解,移入 100 mL 棕色容量瓶中并用甲醇稀释至刻度,于超声波发生器中振荡溶解备用,此为标准溶

液 A。

按表 2 规定分别吸取标准溶液 A,配制成 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮系列标准溶液 1、2、3、4、5 号,用甲醇稀释至 50 mL,备用。

表 2 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮系列标准溶液的配制 单位为毫升

| 项目名称     | 系列标准溶液序号 |      |       |       |       |
|----------|----------|------|-------|-------|-------|
|          | 1        | 2    | 3     | 4     | 5     |
| 加入标准溶液 A | 8.00     | 9.00 | 10.00 | 11.00 | 12.00 |
| 甲醇稀释至体积  | 50.0     | 50.0 | 50.0  | 50.0  | 50.0  |

5.3.6 试样溶液的制备

称取试样约 50 mg(精确至 0.1 mg)于小烧杯中,加少量甲醇溶解,移入 50 mL 棕色容量瓶中并用甲醇稀释至刻度,于超声波发生器中振荡溶解备用。

5.3.7 测定步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用进样器分别吸取与样品浓度相当的系列标准溶液和试样溶液,依次注入进样阀,待最后一个组分流出完毕(色谱图见图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.3.8 结果计算

5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮的含量以质量分数  $w_1$  计,数值用%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{A m_s w_s}{A_s m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- A——5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮的峰面积数值;
- $m_s$ ——标样 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮的质量数值,单位为毫克(mg);
- $w_s$ ——标样 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮的质量分数,数值用%表示;
- $A_s$ ——标样 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮的峰面积数值;
- $m$ ——5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮试样的质量数值,单位为毫克(mg)。

5-氨基苯并咪唑酮的含量以  $w_2$  计,数值用%表示,按式(2)计算:

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

式中:

- $A_1$ ——5-氨基苯并咪唑酮的峰面积数值;
- $\sum A_i$ ——试样中所有组分的峰面积数值之和。

计算结果表示到小数点后两位。

5.3.9 允许差

5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮含量平行测定结果之差应不大于 1.0 %(质量分数),5-氨基苯并咪唑酮含量平行测定结果之差应不大于 0.02 %。

5.3.10 色谱图

色谱图见图 1。



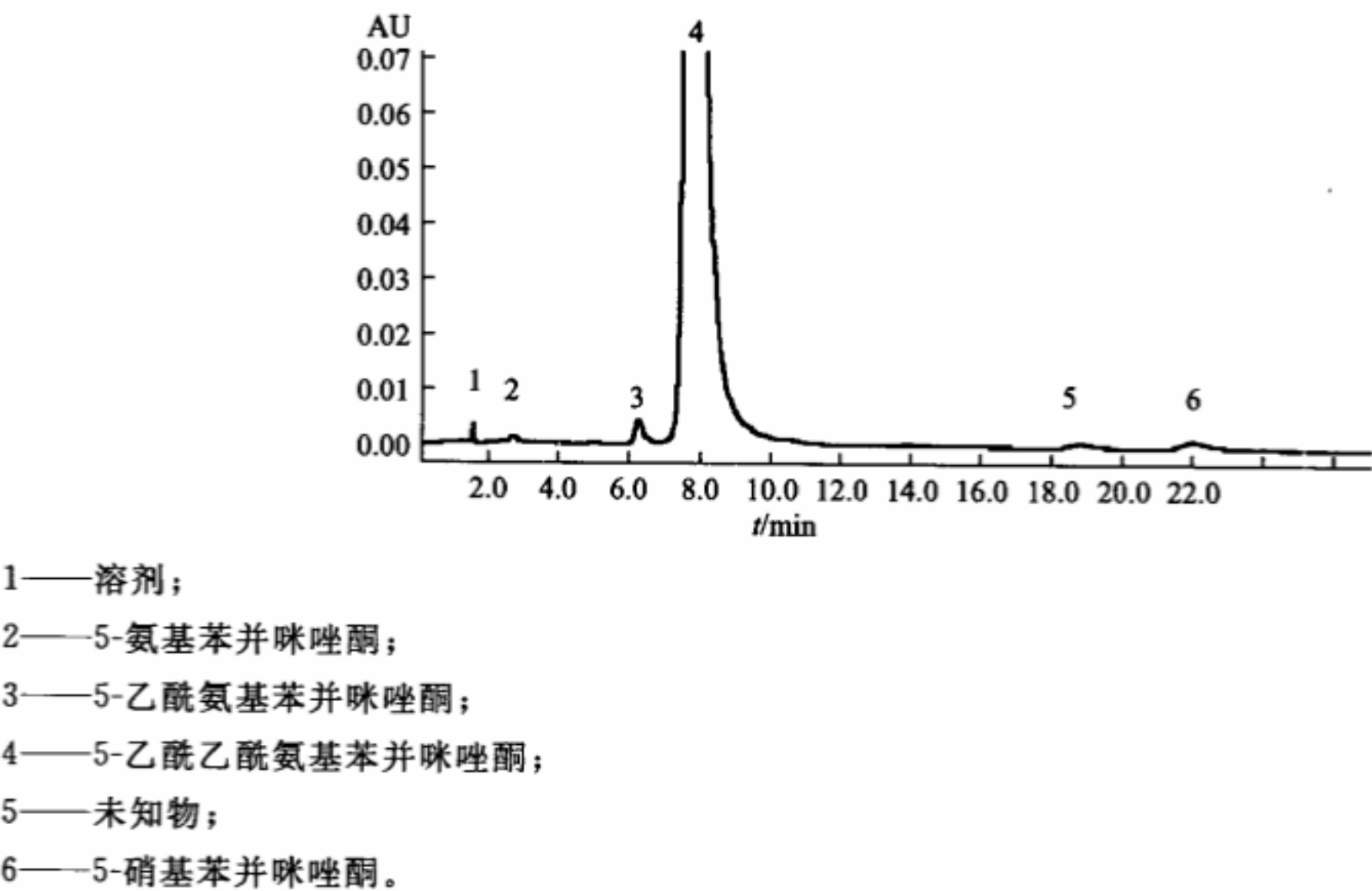


图 1 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮液相色谱示意图

5.4 碱不溶物的测定

5.4.1 试剂和材料

- a) 氢氧化钠溶液:20 g/L;
- b) G4 玻璃坩埚式过滤器。

5.4.2 测定步骤

称取 10 g 试样(精确至 0.1 g)于 250 mL 烧杯中,加入 170 mL 氢氧化钠溶液溶解,用已质量恒定的 G4 玻璃坩埚式过滤器过滤,并用水洗涤至过滤器上无色为止,在 100℃~105℃烘箱中烘干 2 h,取出在干燥器中放置 30 min,称量其质量。

5.4.3 结果计算

5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮碱不溶物含量以质量分数  $w_3$  计,数值用%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $m_0$ ——试样的质量数值,单位为克(g);
  - $m_1$ ——恒量后 G4 玻璃坩埚式过滤器的质量数值,单位为克(g);
  - $m_2$ ——烘干后 G4 玻璃坩埚式过滤器及不溶物的质量数值,单位为克(g)。
- 计算结果表示到小数点后两位。

5.4.4 允许差

碱不溶物含量平行测定结果之差应不大于 0.05 %(质量分数)。

5.5 碱溶色度的测定

5.5.1 方法提要

将试样用碱溶解后置于玻璃试管中,以目视法将试样与一系列标有色阶标号的铁钴标准色阶溶液进行比较来评定结果。

5.5.2 试剂和溶液

氢氧化钠溶液:20 g/L。

5.5.3 仪器和设备

- a) 铁钴比色计;
- b) 石英比色管。

#### 5.5.4 测定步骤

按 GB/T 1722—1992 甲法铁钴比色法进行。

称取 10 g 试样(精确至 0.1 g)于 250 mL 烧杯中,加入 170 mL 氢氧化钠溶液溶解,将部分试样溶液倒入铁钴比色计的石英比色管中与标准色阶进行比较,得出色阶号。

色度测定时试液色调与标准溶液色调不可比时,一般作为降级处理。

### 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

5-乙酰乙酰氨基苯并咪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 5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮均符合本标准的要求。

#### 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时,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

5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮的每个包装容器上都应涂印耐久、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) 生产许可证编号(如适用);
- e) 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

5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮用内衬塑料袋的编织袋包装,密封。每袋净含量  $20\text{ kg} \pm 0.2\text{ kg}$ ,其他包装可与用户协商确定。

#### 7.4 运输

运输时应轻取轻放,防止日晒、碰撞和雨淋。

#### 7.5 贮存

贮存时应远离火源,放置阴凉干燥处。

中华人民共和国  
化工行业标准  
**5-乙酰乙酰氨基苯并咪唑酮**

HG/T 4295—2012

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)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$  字数11千字

2012年10月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1259

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:10.00元

版权所有 违者必究