

ICS 71.080.99

G 17

备案号: 63681~63683—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5320~5322—2018

---

### $N,N'$ -二环己基碳二亚胺、三嗪环和 乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮 (2018)

2018-04-30 发布

2018-09-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 录

HG/T 5320—2018	<i>N,N'</i> -二环己基碳二亚胺 .....	( 1 )
HG/T 5321—2018	三嗪环 .....	(11)
HG/T 5322—2018	乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮 .....	(23)

ICS 71.080.99  
G 17  
备案号: 63683—2018

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5322—2018

## 乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮

5-Acetylacetamidobenzimidazolone

2018-04-30 发布

2018-09-01 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：山东汇海医药化工有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本标准主要起草人：姜福元、姜丽丽、高昂、殷福东、陈韶芳。

## 乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮

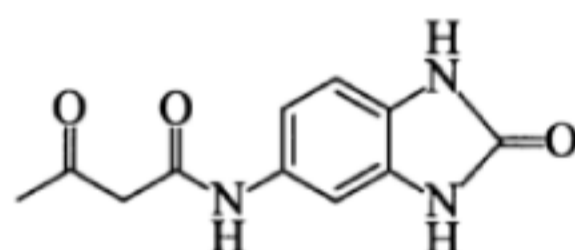
### 1 范围

本标准规定了乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、安全等。

本标准适用于以邻苯二胺、双乙烯酮等为原料制得的乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮，本产品主要用于喷墨、油漆、涂料、颜料中间体等领域。

分子式： $C_{11}H_{11}N_3O_3$

结构式：



相对分子质量：233.227（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 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 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
- 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 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
- 中华人民共和国药典 2015 年版

### 3 要求

3.1 外观：类白色粉末。

3.2 乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮技术指标详见表 1。

表 1 技术指标

项 目	指 标
乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮 <sup>a</sup> ， <i>w</i> /%	≥99.0
5-氨基苯并咪唑酮， <i>w</i> /%	≤0.05
乙酰-5-氨基苯并咪唑酮， <i>w</i> /%	≤0.85
溶液颜色，色号	≤3
干燥减量， <i>w</i> /%	≤0.50
碱不溶物， <i>w</i> /%	≤0.02
<sup>a</sup> 色谱纯度。	

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的一些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

本标准所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 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 603 的规定制备。

4.3 外观的测定

取 20 g 样品置于白纸上，在自然光下目视观察。

4.4 乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮及主要杂质的测定

4.4.1 方法提要

用液相色谱法，在选定的工作条件下使试样中各组分得到分离，用紫外检测器检测，用面积归一化法定量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 乙腈：色谱纯。

4.4.2.2 磷酸氢二铵。

4.4.2.3 磷酸。

4.4.2.4 水：一级水。

4.4.3 仪器和设备

4.4.3.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器，整机灵敏度、稳定性符合 GB/T 16631 的规定，仪器线性范围满足试验要求。

4.4.3.2 进样器：自动进样器或 50 μL、100 μL 微量注射器。

4.4.3.3 数据处理系统：色谱数据工作站。

4.4.4 色谱分析条件

本标准推荐的色谱柱和典型色谱操作条件见表 2。典型色谱图见附录 A 中图 A.1，各组分相对保留值见附录 A 中表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱和典型色谱操作条件

参数名称	参 数 值
色谱柱	固定相为十八烷基碳链
柱长×柱内径×粒径	250 mm×4.6 mm×5 μm
检测波长/nm	225
流动相	称取 1.64 g 磷酸氢二铵，溶于 870 mL 水中，用磷酸调 pH=7.05，再加入 130 mL 乙腈，超声脱气 15 min，然后过滤。
流速/(mL/min)	0.7
进样量/μL	20

4.4.5 分析步骤

称取 15 mg~25 mg 试样，置于 100 mL 容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，混合均匀。在规定的色谱操作条件下进样分析。

4.4.6 结果计算

乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮及主要杂质的质量分数  $w_i$ ，按公式 (1) 计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：  
 $A_i$ ——乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮及主要杂质的峰面积；  
 $\sum A_i$ ——各组分的峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %；5-氨基苯并咪唑酮两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 30 %；乙酰-5-氨基苯并咪唑酮两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 %。

4.5 溶液颜色的测定

4.5.1 试剂和材料

- 4.5.1.1 氢氧化钠溶液：30 g 氢氧化钠溶于 70 g 水中，冷却至室温。
- 4.5.1.2 标准比色液：按照《中华人民共和国药典》2015 年版通则 0901 的规定配制或采购。

4.5.2 仪器和设备

比色管：5 mL。与《中华人民共和国药典》2015 年版通则 0901 规定的标准比色液配套。

4.5.3 分析步骤

称取 27 g 试样于一烧杯中，加入 30 g 氢氧化钠溶液，以上称量精确至 0.01 g。加入 200 mL 水，

搅拌溶解后倒入比色管中，选定相近的色调，并与标准比色液对照。结果报告写明色调和色号。

4.6 干燥减量的测定

称取 1 g 试样，精确至 0.000 1 g。按照 GB/T 6284 的规定进行。  
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 0.05 %。

4.7 碱不溶物的测定

4.7.1 试剂和材料

氢氧化钠溶液：10 g 氢氧化钠溶于 90 g 水中，冷却至室温。

4.7.2 仪器和设备

4.7.2.1 砂芯过滤器。

4.7.2.2 干燥箱：带自动温控装置，可控温在 110 °C ± 2 °C。

4.7.2.3 水系滤膜：0.45 μm。

4.7.3 分析步骤

称取 10 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于 250 mL 三角瓶中，加入 100 mL 氢氧化钠溶液，搅拌使其完全溶解。用恒量的水系滤膜放到砂芯过滤器上过滤溶液，用水将砂芯过滤器壁上的溶液全部洗入过滤器，再洗涤水系滤膜 3 次。过滤完毕，将水系滤膜放入干燥箱中再次恒量。

4.7.4 结果计算

碱不溶物的质量分数  $w$ ，按公式 (2) 计算：

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $w$ ——碱不溶物的质量分数；
- $m_1$ ——恒量的水系滤膜的的质量的数值，单位为克 (g)；
- $m_2$ ——恒量的碱不溶物和水系滤膜的的质量的数值，单位为克 (g)；
- $m$ ——试样的质量的数值，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这两个测定值的算术平均值的 30 %。

5 检验规则

- 5.1 本标准第 3 章要求中的全部项目为出厂检验项目。
- 5.2 原材料、生产工艺不变的条件下，同等质量的均一产品为一批。
- 5.3 按 GB/T 6678 中相关规定确定采样单元数，采样应符合 GB/T 6679 的规定。将所采样品混匀后，用四分法缩分至不少于 100 g，装于清洁、干燥的样品袋中，贴上标签并注明产品名称、产品型号、批号、采样日期及采样者姓名。一份供分析检验用，另一份备查。
- 5.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要

求，应重新自两倍数量的包装单元中采样进行复检。复检结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批产品为不合格。

## 6 标志、包装、运输、贮存

### 6.1 标志

#### 6.1.1 包装容器上应有牢固、清晰的标志<sup>1)</sup>，内容至少包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 厂址；
- c) 产品名称；
- d) 生产日期或批号；
- e) 净含量；
- f) 本标准编号。

#### 6.1.2 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量合格证明，内容至少包括：

- a) 生产厂名称；
- b) 厂址；
- c) 产品名称；
- d) 批号或生产日期；
- e) 产品质量检验结果或检验结论；
- f) 本标准编号。

### 6.2 包装

用二合一内衬塑料袋的牛皮纸袋包装、内纸外塑包装，或根据用户需要包装。

### 6.3 运输

运输过程中应防止日晒和雨淋，防火、防高温、防静电，并应轻装、轻卸，以防包装破损。

### 6.4 贮存

贮存在干燥、清洁、阴凉的库房内。应防火、防高温、防静电，避免暴晒和受潮。

---

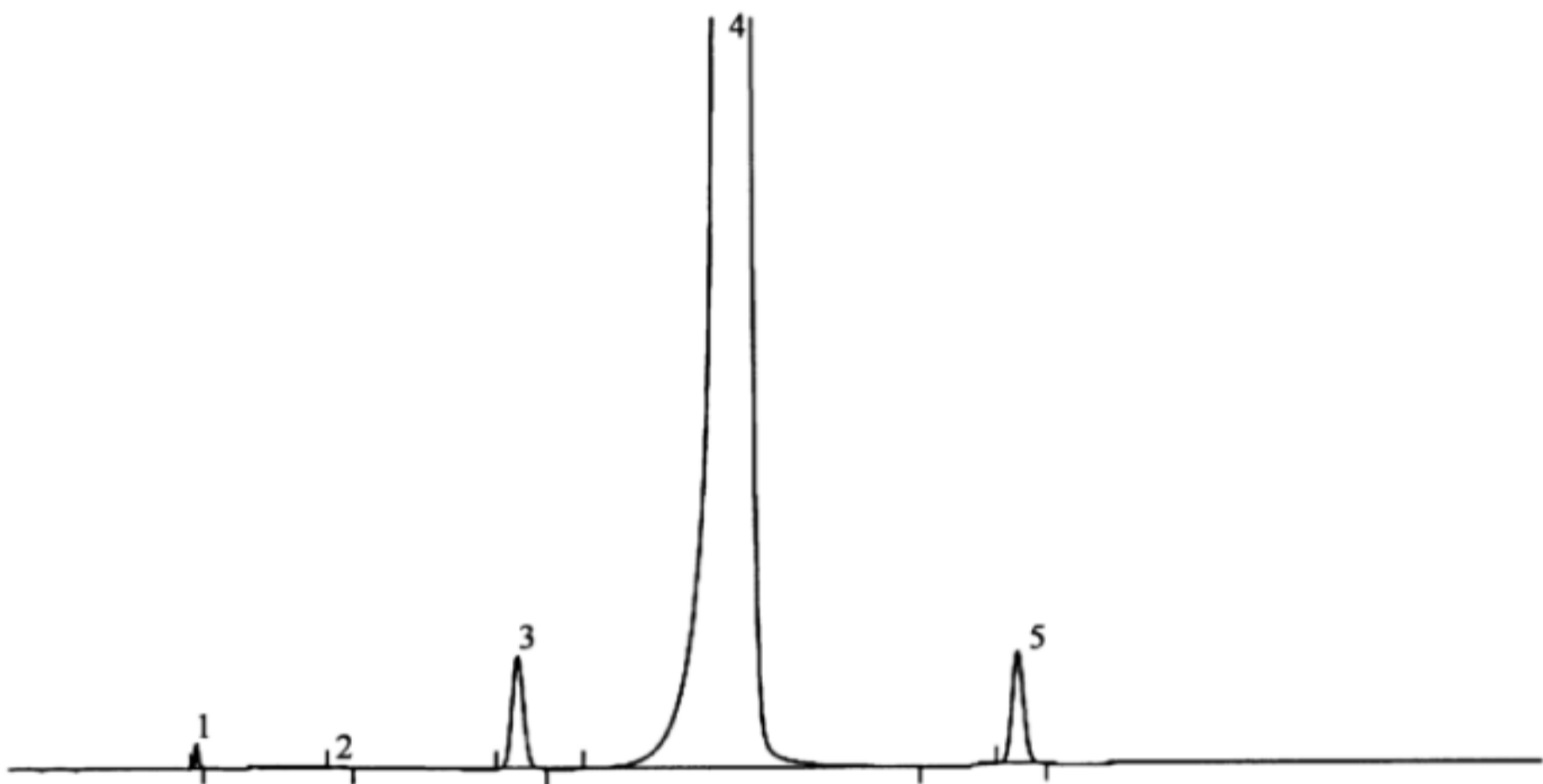
1) 本产品有关安全信息的提示参见附录 B。

附 录 A  
(规范性附录)

乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮及主要杂质典型色谱图及相对保留值

A.1 乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮及主要杂质典型色谱图

乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮及主要杂质典型色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——未知物 1；
- 2——5-氨基苯并咪唑酮；
- 3——乙酰-5-氨基苯并咪唑酮；
- 4——乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮；
- 5——邻苯二胺。

图 A.1 乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮及主要杂质典型色谱图

A.2 乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮及主要杂质相对保留值

乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮及主要杂质相对保留值见表 A.1。

表 A.1 乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮及主要杂质相对保留值

序号	物 质	相对保留值
1	未知物 1	0.466
2	5-氨基苯并咪唑酮	0.606
3	乙酰-5-氨基苯并咪唑酮	0.786
4	乙酰乙酰-5-氨基苯并咪唑酮	1.000
5	邻苯二胺	1.278

**附 录 B**  
**(资料性附录)**  
**安 全**

**B.1 危险警告**

常温下是类白色粉末状固体，吸入或经皮肤吸收对身体有害。遇明火、高热可导致燃烧。

**B.2 安全措施**

密闭操作，加强通风。远离火种、热源，使用防爆型的通风系统和设备。

灭火方法：戴防毒面具、穿全身防护服，在上风向灭火。尽可能将容器从火场移至空旷处。喷水保持火场容器冷却，直至灭火结束。灭火剂：抗溶性泡沫、干粉、二氧化碳、砂土。

---