

ICS 71.100.01;87.060.10

G 56

备案号:23704—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2278—2008

代替 HG/T 2278—1992

乙酰乙酰苯胺

Acetoacetanilide

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2278—1992《乙酰乙酰苯胺》。

本标准与 HG/T 2278—1992 相比主要变化如下：

——增加了液相色谱测定纯度的方法(本标准的 5.5)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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、青岛双桃精细化工(集团)有限公司、沈阳化工研究院。

本标准主要起草人：曹锦芳、杨杰民、徐学峰、刘芳。

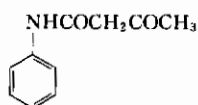
本标准 1992 年首次发布。

乙酰乙酰苯胺

1 范围

本标准规定了乙酰乙酰苯胺的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。本标准适用于乙酰乙酰苯胺的产品质量检验,该产品主要用于染料工业中。

结构式:



分子式: $C_{10}H_{11}O_2N$

相对分子质量: 177.20 (按 2005 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2384—2007 染料中间体 熔点范围的测定 通用方法

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

3 要求

乙酰乙酰苯胺的质量应符合表 1 的规定。

表 1 乙酰乙酰苯胺的质量要求

项 目	指 标	
	优 等 品	一 等 品
1. 外观	白色至浅黄色结晶粉末或片状结晶	白色至浅黄色或极浅粉红色结晶性粉末或片状结晶
2. 干品初熔点/℃	≥ 82.5	82.0
3. 乙酰乙酰苯胺含量(质量分数)/%	≥ 99.0	98.0
4. 乙酰乙酰苯胺纯度(HPLC)/%	≥ 99.5	99.0
5. 挥发分(质量分数)/%	≤ 0.3	0.5
6. 碱溶浊度	澄清透明	基本澄清透明

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,所采样产品的包装必须完好,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,所采样品总量不得少于 200 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

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。

5.1 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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备与标定。检验结果的判定按 GB/T 1250—1989 中的 5.2 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 干品初熔点测定

按 GB/T 2384—2007 规定进行。试样于 60℃~65℃干燥至恒重。

5.4 乙酰乙酰苯胺含量的测定

5.4.1 原理

芳香族胺类酰化物,在无机酸存在下与亚硝酸钠定量进行亚硝化反应,过量亚硝酸钠用碘离子检出,用以判定终点。

5.4.2 试剂和溶液

- 冰乙酸。
- 盐酸。
- 氢氧化钠溶液:40 g/L。
- 亚硝酸钠标准滴定溶液: $c(\text{NaNO}_2)=0.5 \text{ mol/L}$,标定时用淀粉-碘化钾试纸判定终点。
- 淀粉-碘化钾试纸。

5.4.3 分析步骤

称取试样约 1.2 g(精确至 0.000 2 g)于 400 mL 烧杯中,加 8 mL 氢氧化钠溶液和 150 mL 水于 25℃~35℃溶解后,在不断搅拌下加入 100 mL 冰乙酸和 25 mL 盐酸,补加水至总量约 300 mL,用亚硝酸钠标准滴定溶液滴定,滴定时将滴定管尖端插入溶液下约 10 mm 处,保持 10℃~15℃,在搅拌下慢慢滴加亚硝酸钠标准滴定溶液,接近终点时,将滴定管的尖端提高液面逐滴加入,用玻璃棒蘸取 1 滴试液在淀粉-碘化钾试纸上呈微蓝色,5 min 后试纸仍呈微蓝色为终点。在相同条件下做空白试验。

5.4.4 结果计算

乙酰乙酰苯胺含量的质量分数 w_1 ,数值以(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c(V - V_0) \times M}{m_1 \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试样消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

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

M ——乙酰乙酰苯胺的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2\text{N})=177.2$];

m_1 ——试样的质量数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5.4.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.3%(质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

5.5 乙酰乙酰苯胺纯度的测定(HPLC)

5.5.1 原理

采用反相高效液相色谱法,在 C_{18} 柱上,以甲醇和四丁基溴化铵水溶液为流动相,经紫外检测器(240 nm)检测,用峰面积归一法测定乙酰乙酰苯胺的纯度。

5.5.2 仪器设备

- 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紫外分光检测器。
- 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 μ m。
- 数据处理机:色谱工作站或积分仪。
- 平头微量注射器:10 μ L~25 μ L。
- 超声波发生器。

5.5.3 试剂和溶液

- 甲醇:色谱纯。
- 乙酸。
- 四丁基溴化铵水溶液:2 g/L 四丁基溴化铵,1.0 mL/L 乙酸。
- 甲醇水溶液:25+75。
- 蒸馏水:经 0.45 μ m 滤膜过滤。

5.5.4 色谱分析条件

- 流动相:甲醇+四丁基溴化铵水溶液=25+75。
- 波长:240 nm。
- 流量:1 mL/min。
- 进样量:5 μ L。

可根据装置不同,选择最佳分析条件,流动相应摇匀后过滤,用超声波发生器进行脱气。

5.5.5 试样溶液的制备

称取试样约 0.1 g(精确至 0.001 g),加甲醇水溶液使之溶解,用水稀释至 100 mL 容量瓶中。

5.5.6 分析步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器吸取试样溶液注入进样阀,待各组分流出完毕(见色谱图 1),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.5.7 结果计算

乙酰乙酰苯胺纯度的质量分数 w_2 ,数值以($\%$)表示,按式(2)计算:

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

式中:

A ——乙酰乙酰苯胺的峰面积数值;

$\sum A_i$ ——各组分的峰面积数值的总和。

计算结果表示到小数点后两位。

5.5.8 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.2 % (质量分数),取其算术平均值作为测定结果。

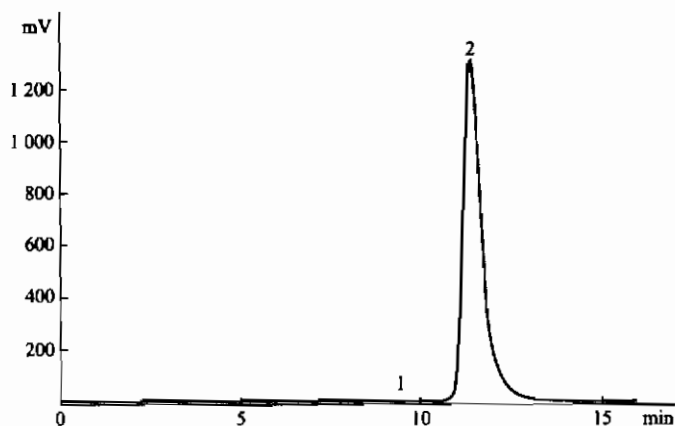
5.5.9 色谱图

乙酰乙酰苯胺的色谱图见图 1。

5.6 挥发分的测定

5.6.1 原理

试样于真空干燥器中,除去挥发物至恒重后,根据称取试样的质量及恒重后试样的质量计算出挥发分。



- 1——未知物；
2——乙酰乙酰苯胺。

图1 乙酰乙酰苯胺的色谱图

5.6.2 仪器

- a) 真空干燥器。
b) 真空泵。

5.6.3 分析步骤

称取试样约 2 g(精确至 0.000 2 g)于已恒重的称量瓶中,将称量瓶连同试样移入真空干燥器中,开启真空泵,在 4 000 Pa 下真空干燥至恒重(约 3 h)。

5.6.4 结果计算

乙酰乙酰苯胺挥发分的质量分数 w_3 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100 \quad \text{..... (3)}$$

式中:

m_2 ——试样质量数值,单位为克(g);

m_3 ——真空干燥后试样质量数值,单位为克(g)。

5.6.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.03 %,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.7 碱溶浊度

5.7.1 原理

试样在氢氧化钠溶液中溶解后与氯化银浊度标准液进行比较判断试样碱溶浊度。

5.7.2 仪器

比色管:25 mL 具塞标准比色管一套,要求直径、高度、壁厚相等。

5.7.3 试剂和溶液

- a) 氯化钠。
b) 氢氧化钠溶液:10 g/L。
c) 硝酸溶液:1+3。
d) 硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.7.4 氯标准储备溶液的配制

称取 0.164 g(精确至 0.000 2 g)经 500 °C ~ 600 °C 灼烧至恒重的氯化钠于 1000 mL 容量瓶中,加水溶解,并用水稀释至刻度,摇匀备用,此溶液 1 mL 含氯 0.1 mg。

5.7.5 氯标准使用溶液的配制

将氯标准储备溶液用水稀释 100 倍,此溶液 1 mL 含氯 0.001 mg。

5.7.6 浊度标准溶液的配制

在 2 只比色管中分别按表 2 配制浊度标准溶液,盖上比色管塞子充分摇匀,并放置 15 min。

表 2 浊度标准溶液

浊 度	浊度标准溶液			
	氯标准使用溶液/mL	水/mL	硝酸/mL	硝酸银溶液/滴
澄清透明	2.0	18.0	1.0	5
基本澄清透明	6.0	14.0	1.0	5

5.7.7 分析步骤

称取试样 2 g(精确至 0.001 g)于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 氢氧化钠溶液在 25℃~30℃溶解,待冷至室温后量取 20 mL 溶液于比色管中。

将装有试样溶液及浊度标准溶液的比色管置于比色管架上,比色管底部用黑纸相衬,正对白色背景,从上往下观察,轴线比色而求得相应的浊度等级。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第 3 章表 1 中规定的全部项目为出厂检验项目。

6.2 出厂检验

乙酰乙酰苯胺应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的乙酰乙酰苯胺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,则整批产品不能验收。

7 标志、标签、包装、运输和贮存

7.1 标志、标签

乙酰乙酰苯胺的每个包装容器上都应涂上牢固、清晰的标志,注明:产品名称、规格和等级、注册商标、净含量、产品生产许可证编号及标志、生产厂名称、厂址、标准编号、批号、生产日期。也可将批号、生产日期打印在标签上,并和产品质量检验合格的证明一起放入包装容器内的塑料袋外面。

7.2 包装

乙酰乙酰苯胺装于内衬塑料袋的铁桶或塑料编织袋中。每个包装净含量 25 kg。如用户需要其他包装可协商确定。

7.3 运输

运输时防止曝晒、雨淋。搬运中需小心轻放,不可与皮肤接触,防止吸入人体内。

7.4 贮存

乙酰乙酰苯胺应贮存于通风干燥处,防止受热、受潮和破损。

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

乙 酰 乙 酰 苯 胺

HG/T 2278- 2008

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

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

2008年9月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0615

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:8.00元

版权所有 违者必究