

T/ACCEM

团 体 标 准

T/ACCEM XXXX—XXXX

3-溴-1-(3-氯吡啶-2-基)-1H-吡唑-5-甲酸

3-Bromo-1-(3-chloropyridin-2-yl)-1H-pyrazole-5-carboxylic acid

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中国商业企业管理协会 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 技术要求 1

5 试验方法 2

6 检验规则 3

7 标志、包装、运输和贮存 4

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。

本文件由西安思科赛实业有限公司提出。

本文件由中国商业企业管理协会归口。

本文件起草单位：西安思科赛实业有限公司、咸阳思科赛新材料有限公司、沾化鸿丰化工有限公司、山东瑞纳特化工有限公司、福建省展化化工有限公司、珠海飞扬新材料有限公司。

本文件主要起草人：曹晓峰、陈伟、刘学、吴一飞、何代业、李疆成、刘家佳、范涛、乔兵、高龙强、邱小勇。

3-溴-1-(3-氯吡啶-2-基)-1H-吡唑-5-甲酸

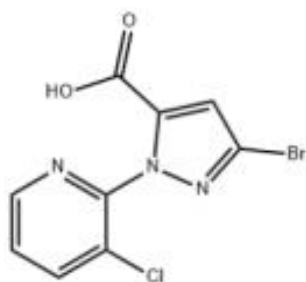
1 范围

本文件规定了3-溴-1-(3-氯吡啶-2-基)-1H-吡唑-5-甲酸的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于精细化工、化学制药行业中使用的3-溴-1-(3-氯吡啶-2-基)-1H-吡唑-5-甲酸。

分子式：C₉H₅BrClN₃O₂

结构式：



相对分子质量：302.51（按 2018 年国际相对原子质量）

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6379.6 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 6 部分：准确度值的实际应用

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 7531 有机化工产品灼烧残渣的测定

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 15258 化学品安全标签编写规定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

面积归一法 area normalization method

是一种数据标准化方法，主要用于将不同样本的面积数据转换到相同的尺度上，以便于比较和分析。

4 技术要求

4.1 外观

白色或类白色结晶粉末。

4.2 物理性能

应符合表 1 的规定。

表1 物理性能

项目	要求
熔点	197 ℃~200 ℃
色度	$L^*\geq 92$
	$-0.40\leq a^*\leq +0.80$
	$-0.00\leq b^*\leq +6.00$
不溶物	<0.30%

4.3 化学性能

应符合表 2 的规定。

表2 化学性能

项目	要求
纯度	>99%
杂质	<0.15%
含量	>97%

5 试验方法

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。

5.1 一般规定

本文件夹所用试剂和水，在没有注明其他要求时，试剂纯度应在分析纯以上，符合 GB/T 603 的相关规定，水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水规格，检验结果的判定应符合 GB/T 8170 和 GB/T 6379.6 的相关规定。

5.2 外观

取适量试样于表面皿或白色瓷盘中，在自然光照下目视观察。

5.3 物理性能

5.3.1 熔点

将样品置于瓷研钵内，轻轻研碎成尽可能细密的粉末，以得到均一的样品，取一支或数支清洁、干燥的熔点管，将其开口端插入样品中，装入样品，使用干燥玻璃管将装有试样的熔点管在其中投落至少 20 次，使熔点管内样品紧缩至规定高度（一般 3 mm~4 mm），从插入口的小孔插入油浴管中，开始升温测量。

5.3.2 色度

称取样品约 2 g~4 g 样品量，利用测色仪测量三次，读取平均值。

5.3.3 不溶物

5.3.3.1 取样品约 10 g±0.0050 g，精确至 0.0001 g，记为 M_1 ，用 140 mL 丙酮超声溶解约 2 min，然后在抽滤瓶中放入烘后滤膜(质量 M_2)抽滤溶解后的样品，再用 10 mL 溶剂（润洗体积）润洗烧杯

和抽滤瓶上的杯子，滤干后取出滤膜放入培养皿中（盖子半盖）放入 80℃ 的烘箱中烘 0.5 h，取出放入干燥器中冷却 5 min，拿出称重，质量为 M_3 。不溶物的测定还应符合 GB/T 7531 的相关规定。

5.3.3.2 丙酮不溶物的质量分数 $\omega(\%)$ 按公式（1）计算：

$$\omega = \frac{M_3 - M_2}{M_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ω ——丙酮不溶物的质量分数（%）；
- M_1 ——样品质量，单位为克（g）；
- M_2 ——滤膜质量，单位为克（g）；
- M_3 ——烘干后滤膜质量，单位为克（g）。

5.4 化学性能

5.4.1 纯度

利用乙腈作为溶剂，配制为浓度 2 mg/mL 的溶液，进样量 2 uL，使用液相色谱仪，采用面积归一法测定。

5.4.2 杂质

5.4.2.1 机械杂质

目测检查。

5.4.2.2 其他杂质

利用乙腈作为溶剂，配制为浓度 2 mg/mL 的溶液，进样量 2 uL，使用液相色谱仪，采用面积归一法测定。

5.4.3 含量

含量测定步骤如下：

- a) 标准溶液配制：精确称取 0.1000 g±0.0001 g 标准品置于 100 mL 容量瓶中，加稀释剂定容超声溶解，平行配制 2 个样品，检测含量；
- b) 样品溶液配制：精确称取 0.1000 g±0.0001 g 样品置于 100 mL 容量瓶中，加稀释剂定容超声溶解，平行配制 2 个样品，检测含量；
- c) 使用液相色谱仪，采用外标法测定，两次平行测定差值应小于 0.3 %。

注：“外标法”指按梯度添加一定量的标准品于空白溶剂中制成对照样品，与未知试样平行地进行样品处理并检测。

6 检验规则

6.1 检验分类

产品检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 批次与采样

6.2.1 组批

以相同原料投产、按相同工艺、在同一班次生产的同一品种的产品为一检验批。

6.2.2 采样

采样按 GB/T 6678、GB/T 6679 的规定进行，采样量不少于 200 g。将样品平均分为两份，放入清洁、干燥的玻璃瓶中，贴上标签，标签上应注明产品名称、批号采样日期及采样人。一瓶供检验用，另一瓶保存备查。

6.3 出厂检验

6.3.1 产品出厂前应经制造厂质量检验部门检验合格并附有产品合格证明后，方可出厂。

6.3.2 出厂检验项目为本文件第 4 章中规定的全部项目。

6.4 型式检验

6.4.1 正常生产时每年进行一次型式检验；有下列情况之一的也应进行型式检验：

- a) 新产品试制鉴定时；
- b) 正式生产，如原料、工艺有较大改变可能影响到产品的质量时；
- c) 出厂检验的结果与上次型式检验有较大差异时；
- d) 产品停产 12 个月以上重新恢复生产时；
- e) 行业主管部门或质量管理部门提出要求时。

6.4.2 型式检验项目本文件第 4 章中规定的全部项目。

6.5 判定规则

6.5.1 检验结果的判定按 GB/T 8170 中“修约值比较法”进行。

6.5.2 检验结果如有指标不符合本文件要求，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文件要求，则该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

7.1.1 销售标志应符合 GB 15258 的规定，至少应包含以下内容：

- a) 产品名称；
- b) 产品责任单位名称及地址；
- c) 产品净含量；
- d) 生产批次、日期；
- e) 执行标准号；
- f) 产品合格标识。

7.1.2 包装储运图示标志按 GB/T 191 的规定选择使用。

7.1.3 标志应清晰、牢固，不应因运输条件和自然条件而褪色、变色、脱落。

7.2 包装

7.2.1 应选用与产品不发生化学反应、不吸附产品成分的包装材料（一般选用双层牛皮袋）。

7.2.2 一般采用 25 kg 每袋、250 kg 每袋、500 kg 每袋的包装规格进行包装。

7.2.3 在取得购货单位同意的情况下也可采用其他包装方法。

7.3 运输

产品在运输过程中应采取避光、避免曝晒、防雨淋、防止利物损伤措施，不应与有毒、有害、有异味及有腐蚀性的产品混装，轻装轻卸，不应倒置、重压。

7.4 贮存

产品应贮存在避光、阴凉、通风、干燥的库房内，不应与有毒、有害及其他污染物混放。
