

《工业用 4,6-二羟基嘧啶》 编制说明

(征求意见稿)

编制单位：石家庄杰克化工有限公司
中国化工情报信息协会

编制日期：2024 年 11 月

《工业用 4,6-二羟基嘧啶》

编制说明

一、任务来源

（一）任务来源

根据中国化工学会化会字（2023）的第 56 号文件要求，下达了《工业用 4,6-二羟基嘧啶》团体标准的制定工作。本标准由中国化工学会提出并归口，由石家庄杰克化工有限公司为主要标准起草单位。

（二）标准制定的目的和意义

工业用 4,6-二羟基嘧啶用作有机合成中间体，在医药工业中用来生产磺胺类药物磺胺莫托辛。4,6-二羟基嘧啶也是维生素 B4、抗肿瘤药及辅助药类的中间体，也可用于生产磺胺间甲氧嘧啶等药物。

工业用 4,6-二羟基嘧啶的制备方法目前主要有：丙二酸酯、甲酰胺和碱金属醇化物为原料合成的 4,6-二羟基嘧啶。国内主要生产单位有：石家庄杰克化工有限公司 5000 吨、重庆紫光国际化工有限责任公司 3000 吨、浙江沙星科技有限公司 1000 吨。工业用 4,6-二羟基嘧啶市场需求量不断攀升，需要建立该产品的标准控制要求，以满足客户和市场对质量的需求。标准项目的实施将具有良好的经济效益和社会效益，有利于推动下游企业的可持续发展。

该标准的制定有利于规范工业用 4,6-二羟基嘧啶的产品质量，减少产业链上下游之间的贸易摩擦，促进供需双方的技术交流，有利于工业用 4,6-二羟基嘧啶产业持续稳定发展。

目前我国还没有工业用 4,6-二羟基嘧啶的相关产品标准，为提高产品质量、规范国内市场秩序，急需制订出统一的《工业用 4,6-二羟基嘧啶》产品质量标准，建立统一的试验方法、质量规格、技术要求，推动生产企业的良性发展，消除质量隐患。

二、起草工作简要过程

按照中国化工学会标准制修订程序的要求，《工业用 4,6-二羟基嘧啶》团体标准的编制完成了以下工作：

（一）资料的收集

在标准编制过程中，起草工作组收集了以下资料：

GB/T 191-2025 包装储运图形符号标志

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 26792 高效液相色谱仪

（二）标准的起草

1、2023年11月，工业用4,6-二羟基嘧啶团体标准正式立项。2023年11月至2024年4月，项目组完成标准的前期预研工作，联系工业用4,6-二羟基嘧啶生产企业、科研单位以及下游用户等，对工业用4,6-二羟基嘧啶标准化的有关问题进行调研和分析。

2、2024年4月至2024年6月，根据各生产单位及用户单位反馈意见，形成了标准草稿，2024年6月召开了标准讨论会，确定了标准主要指标及检测方法。并形成了征求意见稿。

（三）主要参加单位和工作组成员

标准牵头单位为石家庄杰克化工有限公司、重庆紫光国际化工有限责任公司、中国化工情报信息协会。具体情况如表1所示。

表1 主要参加单位和工作组成员表

成员姓名	所在单位	专业方向	联系方式
梁兵	石家庄杰克化工有限公司	化学工程与工艺	lbmetre@126.com
王建璞	石家庄杰克化工有限公司	质量管理	wangjianpu6135@163.com
马建兵	石家庄杰克化工有限公司	化学工艺	majianbing000@163.com
郝飞	石家庄杰克化工有限公司	体系管理	1126909144@qq.com
李莉	重庆紫光国际化工有限责任公司	化工分析	619097526@qq.com
王绪建	重庆紫光国际化工有限责任公司	化工工艺	lnts20@outlook.com

三、编写原则和确定标准主要内容的依据

（一）标准的编写原则

本标准的制定参照国内外工业用4,6-二羟基嘧啶生产、使用的相关资料，同时参考国内企业的相关要求，引进先进的生产理念，充分考虑国内相关的法规、标准要求，结合国内企业的实际情况，以确保标准的科学性、先进性、可操作性。

1.确保工业用4,6-二羟基嘧啶产品使用安全：随着人们生活水平的提高，以及近年来安全的事件时有发生，人们越来越重视安全生产。人们希望所在单位和部门不再发生安全事故、对人员造成危害，消除生产安全隐患。因此，生产安全是首要的原则。

2.标准要具有科学性、先进性和可操作性：科学性是指新标准的指标值确定应有充分依据，新标准有利于新产品开发，有利于产品质量的提高；先进性是指新标准要尽可能采用国际标准或发达国家标准；可操作性是指标准不能脱离我国国情，有70%企业能做到，30%企业需要经过努力才能做到。

3.与相关标准法规协调一致：与现有的相关标准，包括产品标准和检验方法以及安全生产法、产品质量法等相关法规要相一致。

4.促进行业健康发展与技术进步。制定《工业用4,6-二羟基嘧啶》团体标准，是我国工业用4,6-二羟基

嘧啶行业以及使用单位一项重大举措，是从对最终产品的被动管控转向到对整个生产过程实施主动标准化管控的标志。

（二）确定标准主要内容的依据

1. 指标项的确定

《工业用 4,6-二羟基嘧啶》团体标准规定了工业用 4,6-二羟基嘧啶的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

《工业用 4,6-二羟基嘧啶》团体标准适用于以丙二酸二甲酯和甲酰胺为原料，在甲醇钠的作用下制得的工业用 4,6-二羟基嘧啶产品。该产品主要用于有机合成中间体。

根据客户要求及经过对生产单位生产情况的调研确定工业用 4,6-二羟基嘧啶指标项，指标项的设定主要考虑外观、4,6-二羟基嘧啶含量、干燥减重、甲酸盐的影响。

外观：最直观地反映 4,6-二羟基嘧啶产品的纯净度和储存稳定性。4,6-二羟基嘧啶为淡黄色、黄色、橙黄色或橙红色粉末，如果颜色变深则表明含有杂质或发生了降解。

4,6-二羟基嘧啶含量：4,6-二羟基嘧啶含量是衡量产品核心价值的决定性指标，直接决定合成原料的投料量和下游的收率。设置 4,6-二羟基嘧啶含量指标可以确保产品满足工业使用要求。

水分：4,6-二羟基嘧啶的水分超标会导致产品在储存和运输过程中结块，影响使用。此外，4,6-二羟基嘧啶作为合成中间体使用时，水分可能干扰反应体系，导致副产物生成。

甲酸盐（以 HCOO 计）：4,6-二羟基嘧啶产品工业上主要由丙二酸酯（如丙二酸二甲酯）与甲酰胺经环合反应制得。该工艺可能因原料残留或副反应产生甲酸盐杂质。残留的甲酸盐在后续用于合成嘧啶类医药或农药时，可能导致：①副反应，影响主反应选择性；②产品纯度下降，杂质超标；③设备腐蚀（酸性条件下）。因此，为了确保工艺稳定性，需要通过控制甲酸盐指标来监控生产过程的副反应水平。

2. 试验方法的确定

检验项目的设定参照国内外企业产品的性能指标、下游客户的使用要求、生产企业的实验数据（见实验报告）等资源，确定了外观、含量、水分、甲酸盐的测定等 4 项技术要求。

1) 外观的测定

取适量样品置于白色背景上，在日光灯或自然光下目视观察。

2) 含量的测定

含量的测定用返滴定的方法进行。

3) 水分的测定

水分按 GB/T 6284 的规定进行测定。

4) 甲酸盐的测定

甲酸盐用高效液相色谱法检测，外标法定量。

3. 指标值的设定

本标准指标值的设定是在工作组成员单位提供企业实际生产数据的基础上，综合行业实际情况（4,6-二羟基嘧啶生产企业企标指标比对见附录 A）设定。指标值验证数据见表 2，企业实验数据见附录 B-附录 D。

表 2 工业用 4,6-二羟基嘧啶的技术要求

项 目	指 标
外观	淡黄色、黄色、橙黄色或橙红色粉末
4,6-二羟基嘧啶含量, w/%	≥ 98.00
水分, w/%	≤ 0.300
甲酸盐（以 HCOO 计）， w/%	≤ 0.500

4. 检验规则

1) 出厂检验

本文件第4章规定的项目均为出厂检验项目，出厂检验每批进行一次。

2) 组批

在原材料、工艺不变的条件下，以每一次发货量为一批或指定量为一批。

3) 采样

产品采样应按 GB/T 6678、GB/T 6679 的规定进行。样品混匀后分别置于两个洁净、干燥的样品袋中，密封，粘贴标签，注明名称、批号和取样日期，一袋由质量检验部门检验，另一袋保存三个月备查。

4) 结果判定

检验结果的判定采用 GB/T 8170 规定的数值修约值比较法进行。检验结果全部符合本文件的技术要求时，则判定该批产品合格。检验结果中，如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中取样进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则判该批产品为不合格。

5. 标志、包装、运输、贮存

工业用 4,6-二羟基嘧啶产品的标志、包装、运输、贮存应符合《工业用 4,6-二羟基嘧啶》团体标准中第 7 章的规定。

四、技术经济分析论证和预期的经济效益

本标准的制定，有助于进一步规范行业秩序，提升行业质量水平，促进行业技术水平的不断提升。标准实施后有助于增强行业的国际竞争力。本标准颁布实施后，将为工业用 4,6-二羟基嘧啶产品的生产企业和应用单位提供统一的质量要求和检测方法，对产品的判别提供有效参考，从而避免很多由产品质量引发的供需纠纷。同时，新标准还可以起到指导生产企业改进工艺、提高产品质量的作用。通过产品质量的提高，为其下游产品的生产提供优质的原材料，为相关产品的生产提供帮助。

五、采用国际标准和国外先进标准情况及水平对比

起草单位对国内外标准资料进行了收集工作，目前未检索到有关工业用 4,6-二羟基嘧啶的国外标准。

六、与现行法律、法规、政策及相关标准的协调性

该标准严格遵循国务院印发的《深化标准化工作改革方案》（国发[2015]13号）中关于培育和发展团体标准的各项改革措施要求。同时，与国家标准化委员会修改标准化法和《关于培育和发展团体标准的指导意见》相协调，从而确保该标准可为相关法律法规的制定和实施提供支撑。

该标准在制定过程中，以尽量直接引用的方式与相关现行标准实现协调和衔接。

七、贯彻实施标准的措施和建议

本标准制定后，将统一各生产企业的产品质量标准，希望各生产企业严格执行标准的要求，共同维护行业的发展。

八、其他应予以说明的事项

无。

附录 A 工业用 4, 6-二羟基嘧啶生产企业标准指标对比

表 2 工业用 4, 6-二羟基嘧啶企业标准指标对比表

项 目	石家庄杰克化工企标	潍坊滨海石化企标	重庆紫光化工企标	宁夏佰斯特医药企标	四川能投永立化工企标	美国 Sigma 公司产品 质量文件	日本 TCI 公司产品质 量文件	美国 ALFA AESAR 公司产品质量文件
外观	黄色粉末	淡黄色或橙红色粉末	淡黄色或橙红色粉末	淡黄色或橙红色粉末	淡黄色或橙红色粉末	粉末	淡黄色粉末	黄色或橙色粉末
4,6-二羟基嘧啶含量, w/% \geq	98.0	98.0	98.0	98.0	98.0	98	95	97.5
水分, w/% \leq	0.5	0.2	0.2	0.5	0.3	-	0.2	-
甲酸盐, w/% \leq	0.5	0.3	-	-	0.3	-	-	-

附录 B 石家庄杰克化工有限公司工业用 4,6-二羟基嘧啶试验数据

B.1 工业用 4,6-二羟基嘧啶的试验数据

按照标准中给定的色谱条件开展验证试验，得到以下谱图。图 B.1 为测定的甲酸盐的液相色谱图。

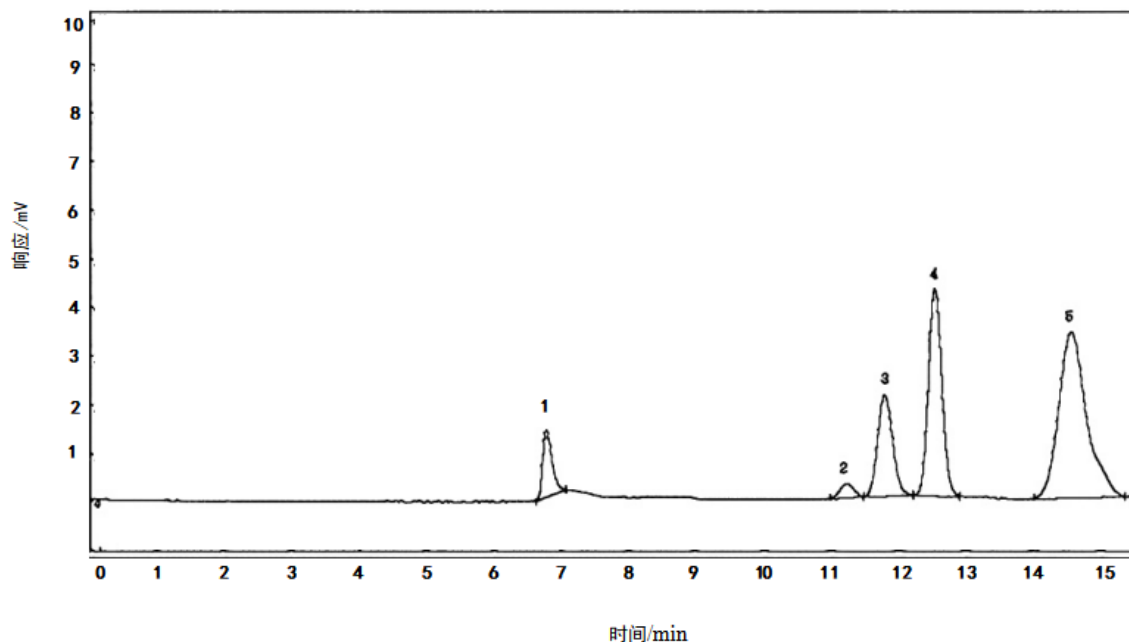


图 B.1 石家庄杰克化工有限公司甲酸盐液相色谱图

工业用 4,6-二羟基嘧啶批次试验数据见表 B.1。

表 B.1 工业用 4,6-二羟基嘧啶的试验数据

类别		含量测定						水分, w/%					甲酸盐, w/%	
检测日期	检验批次	质量/g	滴定消耗体积/mL	$c(1/2H_2SO_4)$ /(mol/L)	空白/mL	结果/%	平均值/%	称量瓶质量/g	瓶加样品干燥前质量/g	瓶加样品干燥后质量/g	结果/%	平均值/%	结果/%	平均值/%
2024.1.13	20240112	1.0627	20.39	0.5040	38.95	98.67	98.69	21.3206	23.6578	23.6536	0.180	0.177	0.22	0.22
		1.0491	20.62	0.5040	38.95	98.71		22.1055	24.3987	24.3947	0.174		0.23	
		1.0562	20.50	0.5040	38.95	98.69		20.2762	22.5359	22.5319	0.177		0.21	
		1.0289	20.98	0.5040	38.95	98.68		19.1102	21.3975	21.3935	0.175		0.21	
2024.2.10	20240209	1.0332	21.23	0.5040	39.27	98.65	98.68	20.2126	22.4069	22.4030	0.178	0.172	0.26	0.27
		1.0708	20.57	0.5040	39.27	98.67		21.8810	24.1978	24.1939	0.168		0.28	
		1.0583	20.78	0.5040	39.27	98.71		21.4543	23.7082	23.7044	0.169		0.27	
		1.0786	20.43	0.5040	39.27	98.69		22.3316	24.6057	20.6018	0.171		0.28	
2024.3.16	20240315	1.0276	20.16	0.5070	38.53	98.72	98.71	20.0206	22.2996	22.2960	0.158	0.155	0.22	0.23
		1.0410	20.45	0.5070	38.53	98.71		22.1105	24.3998	24.3953	0.153		0.22	
		1.0476	20.33	0.5070	38.53	98.74		21.1375	23.3957	23.3922	0.155		0.23	
		1.0223	20.78	0.5070	38.53	98.68		22.4578	24.6996	24.6962	0.152		0.24	
2024.	20240405	1.0308	20.45	0.5008	38.56	98.63	98.64	22.1523	24.3989	24.3953	0.160	0.158	0.21	0.21

类别		含量测定						水分, w/%					甲酸盐, w/%	
检测日期	检验批次	质量/g	滴定消耗体积/mL	c(1/2H ₂ SO ₄)/(mol/L)	空白/mL	结果/%	平均值/%	称量瓶质量/g	瓶加样品干燥前质量/g	瓶加样品干燥后质量/g	结果/%	平均值/%	结果/%	平均值/%
4.6		1.0037	20.92	0.5008	38.56	98.67		21.2067	23.4278	23.4243	0.158		0.21	
		1.0358	20.36	0.5008	38.56	98.64		23.1036	25.3967	25.3931	0.157		0.21	
		1.0127	20.77	0.5008	38.56	98.62		21.5616	23.8149	23.8114	0.155		0.21	
2024.5.17	20240516	1.0573	20.89	0.5008	39.47	98.65	98.69	20.3036	22.5987	22.5951	0.157	0.155	0.20	0.20
		1.0365	21.25	0.5008	39.47	98.68		22.1503	24.3942	24.3907	0.156		0.21	
		1.0441	21.11	0.5008	39.47	98.72		21.6605	23.9465	23.9430	0.153		0.20	
		1.0262	21.43	0.5008	39.47	98.69		24.2206	26.4959	26.4924	0.154		0.20	
2024.6.21	20240620	1.0222	21.23	0.4946	39.43	98.71	98.67	19.1153	21.3989	21.3953	0.158	0.162	0.23	0.24
		1.0556	20.65	0.4946	39.43	98.64		22.1075	24.3967	24.3930	0.162		0.25	
		1.0397	20.93	0.4946	39.43	98.66		20.3062	22.5975	22.5938	0.161		0.24	
		1.0654	20.47	0.4946	39.43	98.67		21.3317	23.5938	23.5900	0.168		0.24	
2024.7.8	20240707	1.0801	20.63	0.5109	39.25	98.73	98.70	21.1105	23.3976	23.3941	0.153	0.155	0.23	0.22
		1.0617	20.95	0.5109	39.25	98.72		20.0326	22.2959	22.2924	0.155		0.22	
		1.0413	21.31	0.5109	39.25	98.67		22.4517	24.7187	24.7141	0.159		0.21	
		1.0900	20.47	0.5109	39.25	98.68		18.1026	20.3975	20.3940	0.153		0.22	
2024.8.17	20240816	1.0153	21.27	0.5050	38.97	98.69	98.66	22.4502	24.6989	24.6954	0.156	0.153	0.22	0.23
		1.0258	20.75	0.5050	38.97	98.62		21.3316	23.6845	23.6811	0.145		0.24	
		1.0293	21.03	0.5050	38.97	98.67		23.2727	25.5668	25.5632	0.157		0.23	
		1.0623	20.46	0.5050	38.97	98.64		20.0012	22.2749	22.2714	0.154		0.23	
2024.9.17	20240916	1.0282	21.49	0.5103	39.23	98.70	98.72	21.1106	23.3947	23.3907	0.175	0.178	0.26	0.25
		1.0551	21.02	0.5103	39.23	98.73		22.3065	24.5759	24.5717	0.185		0.24	
		1.0880	20.45	0.5103	39.23	98.74		19.2531	21.5876	21.5836	0.171		0.25	
		1.0761	20.66	0.5103	39.23	98.72		23.1206	25.3949	25.3908	0.180		0.26	
2024.10.17	20241016	1.1047	20.16	0.5010	39.58	98.73	98.69	22.2336	24.4985	24.4943	0.185	0.179	0.21	0.22
		1.0431	21.25	0.5010	39.58	98.69		21.1105	23.3978	23.3938	0.175		0.21	
		1.0877	20.47	0.5010	39.58	98.67		23.4203	25.6975	25.6934	0.180		0.22	
		1.0711	20.76	0.5010	39.58	98.68		20.0205	22.2847	22.2807	0.177		0.23	

B.2 工业用 4,6-二羟基嘧啶含量精密度试验数据

工业用 4,6-二羟基嘧啶含量测定精密度试验数据见表 B.2。

表 B.2 工业用 4,6-二羟基嘧啶含量测定精密度试验数据

检验批次	四平行测定结果/%				平均值/%	标准偏差/%	相对标准偏差/%
	1	2	3	4			
20240112	98.67	98.71	98.69	98.68	98.69	0.017	0.017
20240209	98.65	98.67	98.71	98.69	98.68	0.026	0.026
20240315	98.72	98.71	98.74	98.68	98.71	0.025	0.025
20240405	98.63	98.67	98.64	98.62	98.64	0.022	0.022
20240516	98.65	98.68	98.72	98.69	98.69	0.029	0.029
20240620	98.71	98.64	98.66	98.67	98.67	0.029	0.030
20240707	98.73	98.72	98.67	98.68	98.70	0.029	0.030
20240816	98.69	98.62	98.67	98.64	98.66	0.031	0.032

20240916	98.7	98.73	98.74	98.72	98.72	0.017	0.017
20241016	98.73	98.69	98.67	98.68	98.69	0.026	0.027

从表 B.2 的 10 组 4,6-二羟基嘧啶中精密度试验数据看, 本方法测定 4,6-二羟基嘧啶水分含量的最大标准偏差为 0.032%, 因此, 设定本方法测定 4,6-二羟基嘧啶含量的允许差为绝对差值不大于 0.10%。表 B.4 的标准偏差可以看出, 该方法测定 4,6-二羟基嘧啶含量具有较高的精密度, 符合分析要求。

B.3 工业用 4,6-二羟基嘧啶 4,6-二羟基嘧啶烘箱干燥法检测水分数据

工业用 4,6-二羟基嘧啶烘箱干燥法检测水分批次数据见表 B.3。

表 B.3 烘箱干燥法检测水分数据

检测批次	称量瓶质量/g	称量瓶+样品质量/g	2 小时		3 小时		4 小时		5 小时	
			烘干后称量瓶+样品质量/g	结果/%	烘干后称量瓶+样品质量/g	结果/%	烘干后称量瓶+样品质量/g	结果/%	烘干后称量瓶+样品质量/g	结果/%
202406 234012	24.9354	27.2324	27.2307	0.07	27.2304	0.09	27.2300	0.10	27.2300	0.10
	28.5122	30.6807	30.6792	0.07	30.6788	0.09	30.6787	0.09	30.6786	0.10
	26.4244	29.0570	29.0545	0.10	29.0539	0.12	29.0536	0.13	29.0536	0.13
	25.4999	27.6756	27.6734	0.10	27.6736	0.09	27.6731	0.11	27.6828	0.13
	18.8406	20.9508	20.9486	0.10	20.9487	0.10	20.9486	0.10	20.9482	0.12
	26.7520	28.9702	28.9677	0.11	28.9685	0.08	28.9680	0.10	28.9677	0.11
	27.0634	29.3895	29.3871	0.10	29.3871	0.10	29.3866	0.12	29.3868	0.12
	平均值		/	0.093	/	0.096	/	0.107	/	0.116
202406 234073	21.6336	23.8473	23.8448	0.11	23.8445	0.13	23.8444	0.13	23.8439	0.15
	26.9734	29.4099	29.4065	0.14	29.4062	0.16	29.4065	0.14	29.4064	0.14
	30.6471	32.7249	32.7221	0.13	32.7219	0.14	32.7218	0.15	32.7217	0.15
	25.1615	27.5603	27.5568	0.15	27.5569	0.14	27.5568	0.15	27.5564	0.16
	19.2838	21.3742	21.3716	0.12	21.3715	0.13	21.3712	0.14	21.3708	0.16
	25.7867	27.9002	27.8972	0.10	27.8971	0.15	27.8964	0.18	22.8968	0.16
	26.1980	28.2255	28.2227	0.14	28.2226	0.14	28.2218	0.18	28.2219	0.18
	28.1570	30.2723	30.2694	0.14	30.2691	0.15	32.2688	0.17	30.2687	0.17
	平均值		/	0.129	/	0.142	/	0.155	/	0.159
202406 244352	19.1125	21.3468	21.3437	0.14	21.3437	0.14	21.3437	0.14	21.3430	0.17
	27.0591	29.1102	29.1081	0.10	29.1077	0.12	29.1077	0.12	29.1071	0.15
	25.6431	27.8757	27.8729	0.13	27.8729	0.13	27.8725	0.14	27.8725	0.14
	24.5198	26.6655	26.6634	0.10	26.6634	0.10	26.6630	0.12	26.6627	0.13
	27.1051	29.1717	29.1688	0.14	29.1687	0.15	29.1685	0.15	29.1685	0.15
	27.0796	29.2600	29.2571	0.13	29.2570	0.14	29.2574	0.12	29.2570	0.14
	平均值		/	0.123	/	0.130	/	0.132	/	0.147
202406 244362	29.4277	31.4954	31.4907	0.16	31.4908	0.15	31.4903	0.18	31.4903	0.18
	25.6793	27.7550	27.7512	0.18	27.7512	0.18	27.7508	0.20	27.7508	0.20
	26.0243	28.0063	28.0029	0.17	20.0029	0.17	28.0025	0.19	28.0025	0.19
	21.6346	24.0445	24.0405	0.17	24.0405	0.17	24.0402	0.18	24.0399	0.19

	27.9574	30.5667	30.5638	0.11	30.5638	0.11	30.5636	0.12	30.5631	0.14
	30.0411	32.4991	32.4954	0.15	32.4954	0.15	32.4953	0.15	32.4954	0.15
	平均值		/	0.157	/	0.155	/	0.17	/	0.175

B.4 工业用 4,6-二羟基嘧啶水分测定精密度试验数据

工业用 4,6-二羟基嘧啶水分精密度试验数据见表 B.4。

表 B.4 4,6-二羟基嘧啶水分精密度试验数据

检验批次	四平行测定结果/%				平均值/%	标准偏差/%
	1	2	3	4		
20240112	0.18	0.174	0.177	0.175	0.18	0.003
20240209	0.178	0.168	0.169	0.171	0.17	0.005
20240315	0.158	0.153	0.155	0.152	0.15	0.003
20240405	0.16	0.158	0.157	0.155	0.16	0.002
20240516	0.157	0.156	0.153	0.154	0.16	0.002
20240620	0.158	0.162	0.161	0.168	0.16	0.004
20240707	0.153	0.155	0.159	0.153	0.16	0.003
20240816	0.156	0.145	0.157	0.154	0.15	0.005
20240916	0.175	0.185	0.171	0.18	0.18	0.006
20241016	0.185	0.175	0.18	0.177	0.18	0.004

从表 B.4 的 10 组 4,6-二羟基嘧啶中水分精密度试验数据看，本方法测定 4,6-二羟基嘧啶水分含量的最大标准偏差为 0.006%，因此，设定本方法测定水分的允许差为绝对差值不大于 0.030%。表 B.4 的标准偏差可以看出，该方法测定水分具有较高的精密度，符合分析要求。

B.5 工业用 4,6-二羟基嘧啶甲酸盐测定方法精密度试验数据

工业用 4,6-二羟基嘧啶甲酸盐四平行试验数据见表 B.5。

表 B.5 4,6-二羟基嘧啶中甲酸盐四平行试验数据

检验批次	四平行测定结果/%				平均值/%	标准偏差/%
	1	2	3	4		
20240112	0.22	0.23	0.21	0.21	0.22	0.008
20240209	0.26	0.28	0.27	0.28	0.27	0.008
20240315	0.22	0.22	0.23	0.24	0.23	0.008
20240405	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0
20240516	0.20	0.21	0.20	0.20	0.20	0.004
20240620	0.23	0.25	0.24	0.24	0.24	0.007
20240707	0.23	0.22	0.21	0.22	0.22	0.007
20240816	0.22	0.24	0.23	0.23	0.23	0.007

20240916	0.26	0.24	0.25	0.26	0.25	0.008
20241016	0.21	0.21	0.22	0.23	0.22	0.008

从表 B.5 的 10 组 4,6-二羟基嘧啶中甲酸盐含量精密度试验数据看，本方法测定 4,6-二羟基嘧啶中甲酸盐含量的最大标准偏差为 0.008%，因此，设定本方法测定 4,6-二羟基嘧啶中甲酸盐含量的允许差为绝对差值不大于 0.030%。表 B.5 的标准偏差可以看出，该方法测定 4,6-二羟基嘧啶中甲酸盐含量具有较高的精密度，符合分析要求。

附录 C 潍坊滨海石油化工有限公司工业用 4,6-二羟基嘧啶试验数据

C.1 工业用 4,6-二羟基嘧啶的试验数据

按照标准中给定的色谱条件开展验证试验，得到以下谱图。图 C.1 为测定的甲酸盐的液相色谱图。

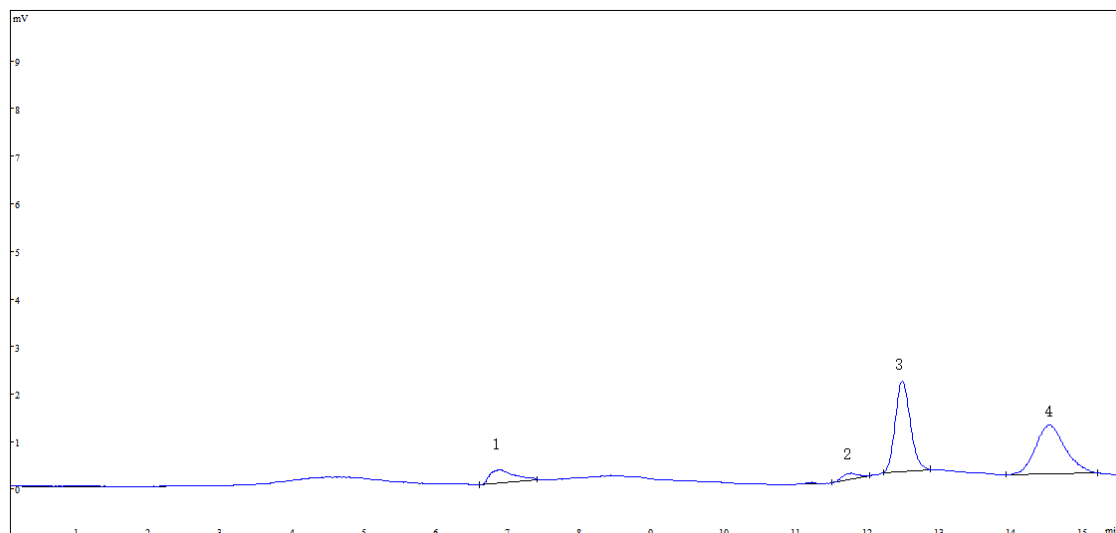


图 C.1 潍坊滨海石油化工有限公司甲酸盐液相色谱图

工业用 4,6-二羟基嘧啶试验数据见表 C.1。

表 C.1 工业用 4,6-二羟基嘧啶的试验数据

批次	项目	外观	4,6-二羟基嘧啶含量, w/%	水分, w/%	甲酸盐, w/%
1	4,6-二羟基嘧啶	淡黄色粉末	98.61	0.110	0.03
2	4,6-二羟基嘧啶	淡黄色粉末	98.58	0.120	0.05
3	4,6-二羟基嘧啶	淡黄色粉末	98.63	0.110	0.02
4	4,6-二羟基嘧啶	淡黄色粉末	98.60	0.100	0.03
5	4,6-二羟基嘧啶	淡黄色粉末	98.57	0.110	0.03
6	4,6-二羟基嘧啶	淡黄色粉末	98.66	0.100	0.03
7	4,6-二羟基嘧啶	淡黄色粉末	98.59	0.130	0.02
8	4,6-二羟基嘧啶	淡黄色粉末	98.62	0.110	0.05
9	4,6-二羟基嘧啶	淡黄色粉末	98.60	0.110	0.02
10	4,6-二羟基嘧啶	淡黄色粉末	98.56	0.110	0.03

C.2 工业用 4,6-二羟基嘧啶水分检测数据

工业用 4,6-二羟基嘧啶烘箱干燥法检测水分数据见表 C.2。

C.2 工业用 4,6-二羟基嘧啶烘箱干燥法检测水分数据

检测项目	TD012312010	TD012312012	TD012401015	TD012401001
结果% (2 小时)	0.11	0.094	0.11	0.10
结果% (4 小时)	0.13	0.13	0.12	0.12
结果% (6 小时)	0.16	0.15	0.16	0.15

工业用 4,6-二羟基嘧啶红外水分检测仪检测水分数据见表 C.3。

C.3 工业用 4,6-二羟基嘧啶红外水分检测仪检测水分数据

检测项目	TD012312010	TD012312012	TD012401015	TD012401001
结果%	0.11	0.10	0.10	0.11

工业用 4,6-二羟基嘧啶卡尔费休滴定法检测水分数据见表 C.4。

C.4 工业用 4,6-二羟基嘧啶卡尔费休滴定法检测水分数据

检测项目	TD012312010	TD012312012	TD012401015	TD012401001
结果%	0.18	0.096	0.14	0.12

通过以上数据分析, 4,6-二羟基嘧啶的水分用烘箱干燥测定水分方法、红外水分快速检测法、卡尔费休滴定法等检测方法进行了检测数据对比, 从以上数据结果分析看采用烘箱干燥法, 采用 2 个小时的干燥时长方法是有效的。

使用烘箱干燥法和红外水分检测仪检测 4,6-二羟基嘧啶水分, 烘箱干燥测定 2 个小时的水分数据与红外水分检测仪检测水分数据基本一致, 检测后的 4,6-二羟基嘧啶物料可以回收利用。

卡尔费休滴定法检测水分, 需要使用为甲醇、吡啶、碘、二氧化硫组成的溶剂, 4,6-二羟基嘧啶不溶于该溶剂, 检测后试剂需要外排, 溶液粘稠外排不方便, 会产生一些环境污染风险, 且检测后的嘧啶物料不能回收。

附录 D 重庆紫光国际化工有限责任公司工业用 4,6-二羟基嘧啶试验数据

D.1 工业用 4,6-二羟基嘧啶的试验数据

工业用 4,6-二羟基嘧啶试验数据见表 D.1。

表 D.1 工业用 4,6-二羟基嘧啶的试验数据

批次	项目	外观	4,6-二羟基嘧啶含量, w/%	水分, w/%	甲酸盐, w/%
1	4,6-二羟基嘧啶	黄色粉末	98.23	0.16	0.01
2	4,6-二羟基嘧啶	黄色粉末	98.10	0.18	0.01
3	4,6-二羟基嘧啶	黄色粉末	98.17	0.13	0.01
4	4,6-二羟基嘧啶	黄色粉末	98.32	0.15	0.01
5	4,6-二羟基嘧啶	黄色粉末	98.14	0.16	0.01
6	4,6-二羟基嘧啶	黄色粉末	98.18	0.17	0.01
7	4,6-二羟基嘧啶	黄色粉末	98.21	0.15	0.01
8	4,6-二羟基嘧啶	黄色粉末	98.13	0.14	0.01
9	4,6-二羟基嘧啶	黄色粉末	98.25	0.15	0.01
10	4,6-二羟基嘧啶	黄色粉末	98.20	0.16	0.01