

ICS 71.080.99
G 17
备案号: 59431—2017

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5151—2017

呋喃铵盐

(Z)-2-Methoxyimino-2-(furyl-2-yl)acetic acid ammonium salt

2017-07-07 发布

2018-01-01 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。

本标准负责起草单位：山东金城医药股份有限公司。

本标准参加起草单位：济南大学化工研究所。

本标准主要起草人：徐小翠、郑庚修、周衡、侯乐伟、张建平。

呋喃铵盐

警示：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。

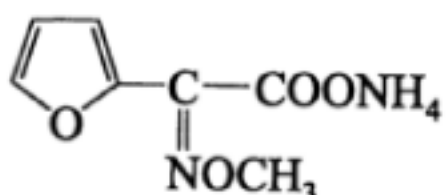
1 范围

本标准规定了呋喃铵盐的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以乙酰呋喃、亚硝酸钠、甲氧胺盐为主要原料，经氧化、合成、成盐、干燥得到的成品呋喃铵盐。

化学名称：(Z)-2-甲氧亚氨基-2-(呋喃-2-基)乙酸铵盐

分子式： $C_7H_{10}N_2O_4$

结构式：

相对分子质量：186.17（按 2011 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 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

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

3 要求

3.1 外观：白色或类白色结晶粉末，无可见杂质。

3.2 技术要求：呋喃铵盐应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
呋喃铵盐, $w/\%$ \geq	99.7
呋喃铵盐反式异构体, $w/\%$ \leq	0.10
单一最大未知杂质, $w/\%$ \leq	0.15
水分, $w/\%$ \leq	0.2

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

4.2 外观的测定

将适量样品薄铺于白色衬底的表面皿或白瓷板上，在日光或日光灯下目视观察。

4.3 呋喃铵盐、呋喃铵盐反式异构体和未知杂质含量的测定

4.3.1 方法提要

采用高效液相色谱法，在选定的工作条件下通过色谱柱使样品溶液中目标化合物与杂质分离，用紫外吸收检测器检测，采用面积归一化法计算。

4.3.2 试剂或材料

4.3.2.1 水：符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

4.3.2.2 甲醇：色谱纯。

4.3.2.3 磷酸二氢钾：色谱纯。

4.3.3 仪器设备

4.3.3.1 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。

4.3.3.2 进样器：自动进样器或 50 μ L、100 μ L 微量注射器。

4.3.3.3 数据处理系统：色谱工作站。

4.3.4 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。呋喃铵盐含量、呋喃铵盐反式异构体含量测定的典型色谱图及各组分相对保留值见附录 A 中图 A.1 和表 A.1。其他能够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

项 目	参 数
色谱柱	固定相为十八烷基硅烷键合硅胶、柱长 250 mm、柱内径 4.6 mm、 粒度 5 μm 的不锈钢色谱柱
柱温	室温
检测波长/nm	277
流动相	A——准确称取 3.4 g 磷酸二氢钾，加入水使溶解成 1 000 mL； B——甲醇。 A : B = 3 : 1 (体积比)。混合，用磷酸调节 pH 为 4.5 ± 0.05 ，过滤，脱气。
流速/ (mL/min)	0.7
进样量/ μL	20

4.3.5 试验步骤

称取 0.03 g 试样，精确至 0.001 g。于 100 mL 容量瓶中用水超声溶解并稀释至刻度，混匀。在规定的色谱操作条件下检测，采用面积归一化法定量。

4.3.6 试验数据处理

被测组分的质量分数 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 ——被测组分的峰面积；

$\sum A_i$ ——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报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

4.4 水的测定

按 GB/T 6283 中规定的方法进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03 %。

5 检验规则

5.1 本标准 3.1 外观和 3.2 表 1 规定的所有项目均为出厂检验项目。

5.2 呋喃铵盐在原材料、工艺不变的条件下，以每釜生产的产品为一批。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。按 GB/T 6679 的规定采样。将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于 50 g，分装于两个清洁、干燥的试剂袋中，密封，贴上标签，注明生产单位名称、产品名称、生产日期、批号、采样日期和采样人等。一袋检验，另一袋留样。

5.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。检验结果如有一项指标不符合本标准要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验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、运输和贮存

6.1 标志

呋喃铵盐包装容器上应有牢固、清晰的标志，内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 生产单位名称和地址；
- c) 批号和生产日期；
- d) 净含量；
- e) 本标准编号。

6.2 包装

6.2.1 呋喃铵盐采用两层密封包装，内层为聚乙烯塑料袋，外层为纸板桶或纸塑复合袋。也可根据用户要求进行包装。

6.2.2 每批出厂的产品包装内都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：

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

6.3 运输

呋喃铵盐在运输过程中，应防火、防高温、防止日晒和雨淋，并应轻装、轻卸，以防包装破损。

6.4 贮存

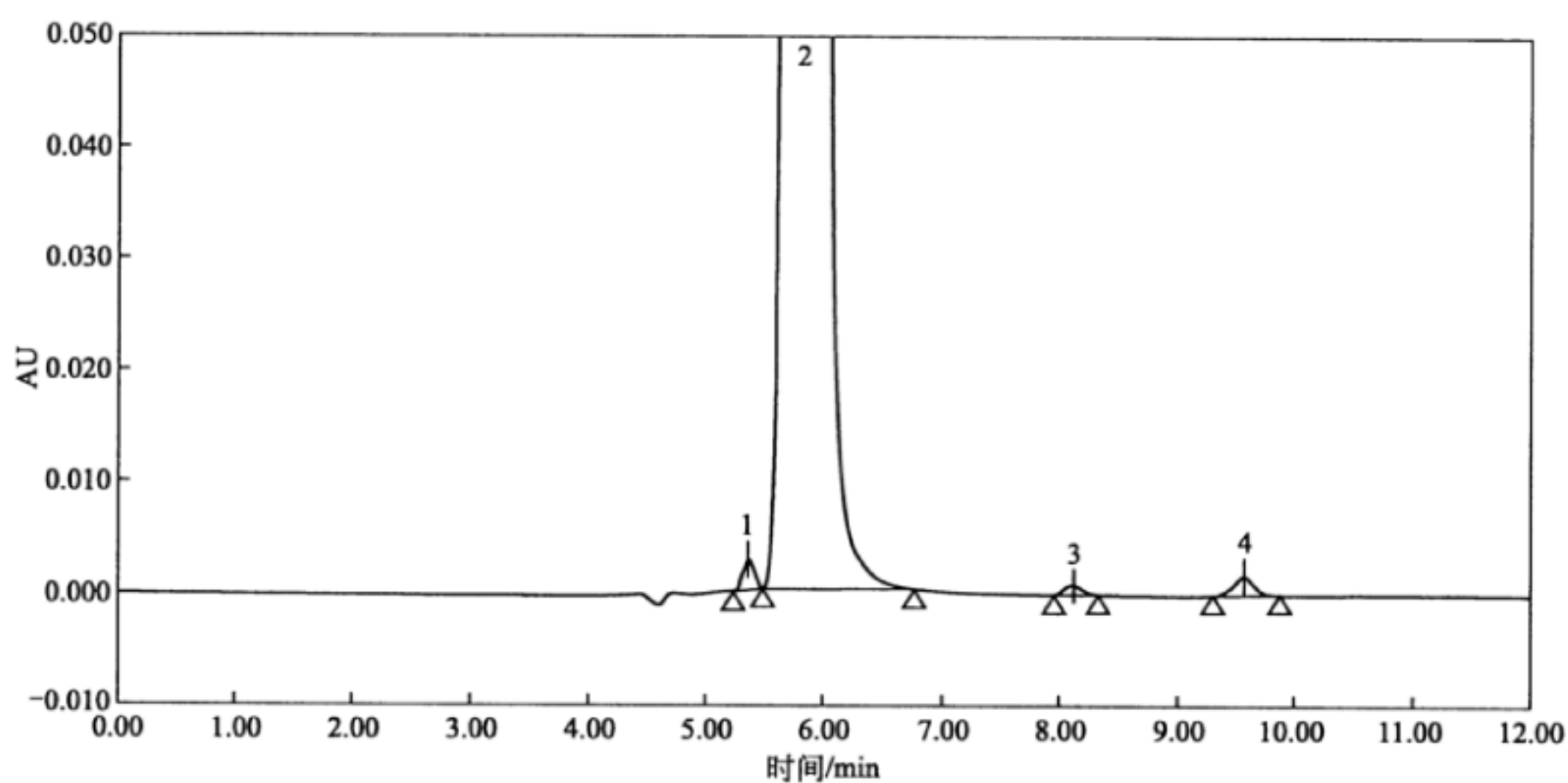
呋喃铵盐应贮存在干燥、清洁、阴凉的库房内。应防火、防高温，避免暴晒和受潮。

附 录 A
(规范性附录)

呋喃铵盐及各杂质组分含量测定的典型色谱图及各组分相对保留值

A.1 呋喃铵盐及各杂质组分含量测定的典型色谱图

呋喃铵盐及各杂质组分含量测定的典型色谱图见图 A.1。



说明:

- 1——未知物 1;
- 2——呋喃铵盐;
- 3——未知物 2;
- 4——呋喃铵盐反式异构体。

图 A.1 呋喃铵盐及各杂质组分含量测定的典型色谱图

A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1

表 A.1 各组分相对保留值

峰序号	组分名称	相对保留值
1	未知物 1	0.938
2	呋喃铵盐	1.000
3	未知物 2	1.349
4	呋喃铵盐反式异构体	1.657