

ICS 71.040.30

CCS G 17

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

阿米酸
(2-甲氧基-4-氨基-5-乙磺基苯甲酸)

Amisulpride acid

(2-methoxy-4-amino-5-ethylsulfonyl benzoic acid)

(报批稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：安徽瑞赛生化科技有限公司、安徽工匠质量标准研究院有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、蚌埠市产品质量监督检验研究院、江苏师范大学、江苏恩华药业股份有限公司、徐州诺特化工有限公司、安徽省中小企业发展促进中心、淮北市市场监督管理局、芜湖市市场监管综合执法支队

本文件主要起草人：胡晓、丁昌东、黄煜、胡曼曼、王娇、许宇振、吴学玲、张文娟、陈才法、刘庆峰、丁智宇。

阿米酸（2-甲氧基-4-氨基-5-乙磺基苯甲酸）

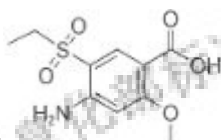
1 范围

本文件规定了阿米酸（又名：2-甲氧基-4-氨基-5-乙磺基苯甲酸）的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以对氨基水杨酸为原料制得的阿米酸。

分子式： $C_{10}H_{13}NO_5S$

结构式：



相对分子质量：259.28（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 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 6283—2008 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 外观：白色结晶性粉末。

4.2 阿米酸应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术指标

项 目	指 标
阿米酸, w/%	≥99.0
2-甲氧基-4-氨基-5-乙硫醚基苯甲酸, w/%	≤0.2
2-甲氧基-4-氨基-5-亚乙基砒苯甲酸, w/%	≤0.2
熔点范围/°C	150.0~152.0
水分, w/%	≤0.5

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

本文件所用的试剂和水，在没有注明要求时，仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682中规定的三级水。

5.2 外观的测定

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 各组分含量的测定

5.3.1 方法提要

采用高效液相色谱法，在选定工作条件下，样品用流动相溶解，以磷酸二氢钾缓冲溶液-乙腈为流动相，通过氨基液相色谱柱分离，使其中的阿米酸、2-甲氧基-4-氨基-5-乙硫醚基苯甲酸、2-甲氧基-4-氨基-5-亚乙基砒苯甲酸分离，紫外检测器检测，外标法定量。

5.3.2 试剂和溶液

5.3.2.1 乙腈：色谱纯。

5.3.2.2 磷酸二氢钾。

5.3.2.3 三乙胺。

5.3.2.4 磷酸。

5.3.2.5 水：一级水。

5.3.2.6 磷酸二氢钾缓冲溶液：将 1.36g 磷酸二氢钾溶于适量水中，加入 1.25mL 三乙胺，用磷酸调 pH 值至 5.0，再用水稀释至 1000mL，混匀备用。

5.3.2.7 阿米酸标准品：不小于 99.0%。

5.3.2.8 2-甲氧基-4-氨基-5-乙硫醚基苯甲酸标准品：不小于 98.0%。

5.3.2.9 2-甲氧基-4-氨基-5-亚乙基砜苯甲酸标准品：不小于 98.0%。

5.3.3 仪器

5.3.3.1 高效液相色谱仪：配有可变波长紫外检测器，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 16631 的规定；线性范围要满足测定要求。

5.3.3.2 数据处理工作站。

5.3.3.3 超声波处理器。

5.3.3.4 微孔过滤器：滤膜孔径 0.45 μ m。

5.3.3.5 微量进样器：10 μ L 或具有自动进样器。

5.3.4 高效液相色谱操作条件

推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 2，典型高效液相色谱图见附录 A。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

表 2 高效液相色谱柱及典型操作条件

色谱柱	4.6mm × 150mm, CN 色谱柱, 粒径 5 μ m
柱温/°C	30
流动相	乙腈: 缓冲溶液=25: 75 (体积比)
流速/(mL/min)	1.0
检测波长/nm	225
进样量/ μ L	10

5.3.5 标样溶液的配制

5.3.5.1 称取阿米酸标准品 0.1g(精确至 0.0001g)，置于 50mL 容量瓶中，用流动相振荡溶解冷却至室温后稀释至刻度线，得到阿米酸储备液；用移液管吸取 1mL 到 10mL 容量瓶中，用流动相定容到刻度线，摇匀备用。得到阿米酸工作液。

5.3.5.2 称取 2-甲氧基-4-氨基-5-亚乙基砒苯甲酸标准品 0.1g(精确至 0.0001g), 置于 50mL 容量瓶中, 用流动相振荡溶解冷却至室温后稀释至刻度线, 得 2-甲氧基-4-氨基-5-亚乙基砒苯甲酸储备液; 用移液管吸取 1mL 到 1000mL 容量瓶中, 用流动相定容至刻度线, 摇匀备用。得 2-甲氧基-4-氨基-5-亚乙基砒苯甲酸工作液。相同方法配制 2-甲氧基-4-氨基-5-乙硫醚基苯甲酸标准品储备液和工作液。

5.3.6 试样溶液的配制

称取阿米酸试样 0.1g(精确至 0.0001g), 置于 50mL 容量瓶中, 用流动相溶解并稀释至刻度线, 超声振荡 5min, 冷却至室温后用移液管吸取 1mL 到 10mL 容量瓶中, 用流动相定容到刻度线, 摇匀, 经 0.45 μ m 微孔过滤器过滤, 滤液待测。

5.3.7 分析步骤

根据仪器说明书, 调节仪器至表 2 所示的操作条件, 待仪器基线稳定后, 连续注入数针标样溶液, 直至相邻两针响应值变化小于 0.5%后, 按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

5.3.8 结果计算

将测得的前后两次试样溶液及标样溶液中阿米酸、2-甲氧基-4-氨基-5-乙硫醚基苯甲酸、2-甲氧基-4-氨基-5-亚乙基砒苯甲酸各组峰面积分别进行平均。

试样中各组分质量分数 w (%) 按式 (1) 计算:

$$w = \frac{A_2 m_1 P \times 10}{A_1 m_2 F} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_1 —标样溶液中, 对应组分峰面积的平均值;

A_2 —试样溶液中, 对应组分面积的平均值;

m_1 —对应组分标样的质量的数值, 单位为克 (g);

m_2 —试样的质量的数值, 单位为克 (g);

F —标样溶液中, 对应组分稀释倍数, 其中标样阿米酸稀释倍数为 10, 标样 2-甲氧基-4-氨基-5-乙硫醚基苯甲酸与 2-甲氧基-4-氨基-5-亚乙基砒苯甲酸稀释倍数为 1000;

10—试样溶液, 稀释倍数;

P —各组分标准品的质量分数, %。

5.3.8 允许差

阿米酸两次平行测定结果之差, 应不大于 0.5%, 取其算术平均值作为测定结果。

2-甲氧基-4-氨基-5-亚乙基砒苯甲酸和 2-甲氧基-4-氨基-5-乙硫醚基苯甲酸相对误差，不大于 10%，取其算术平均值作为测定结果。

5.4 熔点范围的测定

按 GB/T 617 引用的 JJG 701 毛细管法熔点测定仪规程进行。

5.5 水分的测定

按 GB/T 6283—2008 中第 8 章直接电量滴定法的规定进行。

6 检验规则

6.1 出厂检验

出厂检验项目为外观、阿米酸质量分数、熔点范围和水分。

6.2 型式检验

型式检验为本文件第 4 章要求中规定的所有项目。在下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品投产时；
- b) 工艺、配方、材料有重大改变时；
- c) 正常生产每年至少检验一次；
- d) 市场监管部门提出要求时；
- e) 产品质量出现波动时；
- f) 产品停产半年恢复生产时；
- g) 用户有要求时。

6.3 批次与采样

6.3.1 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。

6.3.2 采样

采样按 GB/T 6678、GB/T 6679 的规定进行，采样量不少于 200g，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，一瓶保存备查。

6.4 判定规则

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，复检结果即使有一项指标不符合本标准要求，则该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

产品标志应符合 GB/T 191 的规定；产品应标示以下内容：产品名称、规格型号、生产日期、保质期、执行标准编号、厂名厂址。

7.2 包装

应用清洁干燥的双层塑料袋密封，再装入包装桶或编织袋，也可根据用户要求或订货协议，采用其它形式的包装。

7.3 运输

产品在运输过程中应采取避光、避免曝晒，防雨淋，防止利器物损伤措施，不得与有毒、有害、有异味及有腐蚀性的产品一起混装，轻装轻卸，不得倒置、重压。

7.4 贮存

产品应储存在避光、阴凉、通风、干燥的库房内，不得与有毒、有害及其它污染物混放。产品在自然条件下，自生产之日起，产品保质期为 12 个月。

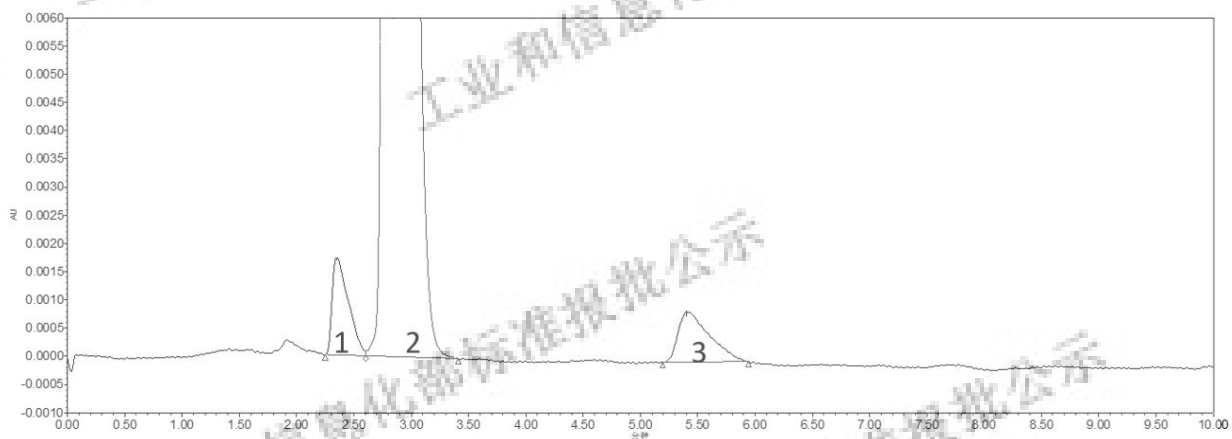
附录 A

(规范性)

阿米酸及杂质组分测定高效液相色谱图和保留时间

A.1 阿米酸及杂质高效液相色谱图

阿米酸及杂质的高效液相色谱图见图 A.1。



标引序号说明：

1—2-甲氧基-4-氨基-5-亚乙基砒苯甲酸；

2—阿米酸；

3—2-甲氧基-4-氨基-5-乙硫醚基苯甲酸。

图 A.1 阿米酸及杂质高效液相色谱图

A.2 阿米酸及杂质组分保留时间

阿米酸及杂质组分的保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分保留时间

峰序号	组分名称	保留时间/min
1	2-甲氧基-4-氨基-5-亚乙基砒苯甲酸	2.35
2	阿米酸	2.82
3	2-甲氧基-4-氨基-5-乙硫醚基苯甲酸	5.40