



Q/XY

江西兄弟医药有限公司企业标准

Q/XY 010—2018

碘海醇碘化物

2018-3-1 发布

2018-3-10 实施

江西兄弟医药有限公司 发布



目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 要求	1
4 试验方法	1
5 检验规则	4
6 标志、包装、运输、贮存和保质期	4
附录 A（规范性附录） 碘海醇碘化物的其它名称、分子式和基本物化参数	6



前 言

本标准是根据有关资料并结合我公司生产实际情况制定,为我公司生产碘海醇碘化物提供了技术依据。

本标准编写格式符合GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写》。

本标准由江西兄弟医药有限公司提出。

本标准由江西省标准化协会化工专业委员会处归口。

本标准由江西兄弟医药有限公司负责起草。

本标准主要起草人:王永强、郭飞飞。



碘海醇碘化物

1 范围

本标准规定了碘海醇碘化物的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和保质期。
本标准适用于以5-硝基间苯二甲酸二甲酯为原料，经酯交换、氢化还原、碘代反应，得到碘海醇碘化物。该产品适用于医药中间体。

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 191-2008 包装储运图示标志（MOD ISO 780:1997）
GB/T 601-2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB/T 602-2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
GB/T 603-2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 6679-2003 固体化工产品采样通则
GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法（MOD ISO 3696:1987）
GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
国家质量监督检验检疫总局[2005]第75号令 定量包装商品计量监督管理办法
《中华人民共和国药典》2015版四部

3 要求

3.1 外观

浅黄色或浅红色粉末，无可见机械杂质。

3.2 控制项目指标

碘海醇碘化物控制项目指标应符合表1要求。

表1 碘海醇碘化物控制项目指标

项目	指标
碘海醇碘化物质量分数，%	≥ 95.0
水分，%	≤ 2.0
炽灼残渣，%	≤ 5.0

4 试验方法

4.1 一般规定



除另有说明外,本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和GB/T 6682-2008规定的三级水。所有滴定分析用标准溶液按GB/T 601-2016配制和标定;所有杂质测定用标准溶液按GB/T 602-2002配制和标定;所有试验方法中所用试剂及制品按GB/T 603-2002配制。

4.2 外观的判定

取试样置于洁净的白纸上,充足光线下,眼睛与试样呈45 °角距离试样约40 cm处,目测试样外观。

4.3 碘海醇碘化物质量分数的测定

4.3.1 方法提要

取碘海醇碘化物试样适量溶解于水中,以乙腈和超纯水为流动相进行梯度洗脱,1.0 mL/min的流速通过内径4.6 mm、柱长250 mm、填料为C₁₈,粒径为5 μm的色谱柱,采集254 nm处的色谱图,以面积归一法计算其质量分数。

4.3.2 试剂和溶液

- a) 乙腈(色谱纯);
- b) 超纯水;
- c) 对照溶液:称取碘海醇碘化物对照品0.05 g(精确至0.0002 g),至50 mL容量瓶,以超纯水溶解并稀释至刻度,再取该溶液5.0 mL置于50 mL容量瓶中,用超纯水溶解并稀释至刻度;
- d) 试样溶液:称取试样0.05 g(精确至0.0002 g),至50 mL容量瓶,以超纯水溶解并稀释至刻度,再取该溶液5.0 mL置于50 mL容量瓶中,用超纯水溶解并稀释至刻度。

4.3.3 仪器

- a) 高效液相色谱仪(带可变波长紫外检测器、100 μL进样器、色谱工作站);
- b) 色谱柱:Agilent ZORBAX SB-AQ C₁₈内径4.6 mm,柱长250 mm,填料为C₁₈,粒径为5 μm的色谱柱,或类似柱。

4.3.4 高效液相色谱操作条件

- a) 流动相A:乙腈;
- b) 流动相B:超纯水;
- c) 流动相梯度洗脱如下表:

时间/min	流动相 A	流动相 B
0	1	99
60	13	87
61	1	99
70	1	99

- d) 流速:1.0 mL/min;
- e) 柱温:25 °C;
- f) 检测波长:254 nm;
- g) 进样量:10 μL;



- h) 保留时间：10.0 min 左右
- i) 上述操作条件是典型的，根据不同仪器可适当调整。

4.3.5 试样碘海醇碘化物的典型液相色谱图见图 1

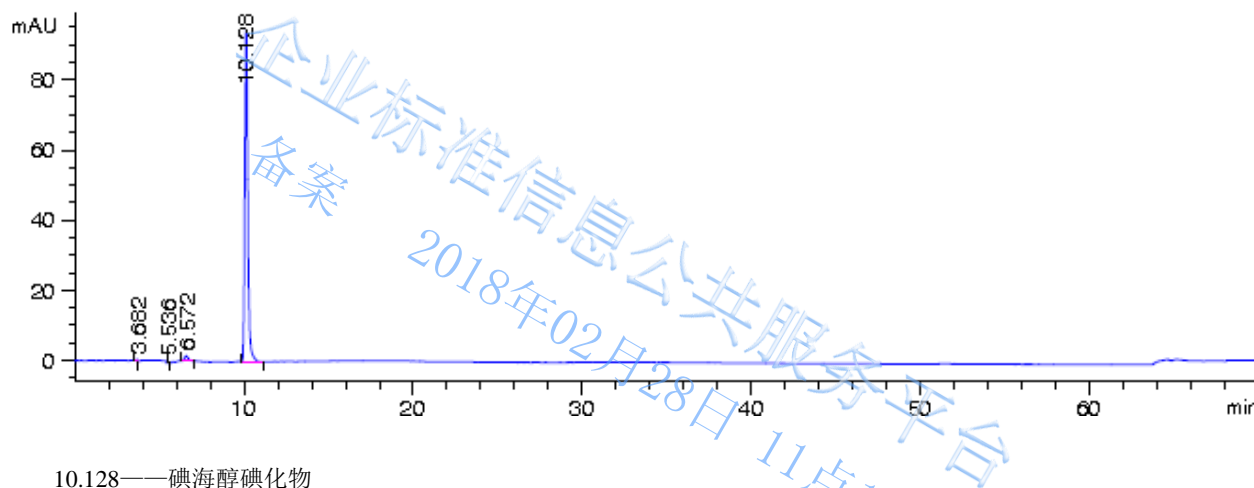


图1 试样中碘海醇碘化物的液相色谱图

4.3.6 测定步骤

在上述高效液相色谱操作条件下，待仪器基线稳定后，按照空白溶液、对照品溶液、试样溶液、试样溶液的顺序进行测定所有峰。

4.3.7 计算

试样液中碘海醇碘化物的质量分数 X_1 按式（1）计算。

$$X_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_1 —试样中碘海醇碘化物的峰面积；

$\sum A_i$ —试样中各组分的峰面积之和。

4.3.8 允许差

两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%，取其算术平均值为测定结果。

4.4 水分的测定

称取试样1.0 g（精确至0.0002 g），按《中华人民共和国药典》2015版四部通则 0832 水分测定法第一法（费休氏容量滴定法）进行。

4.5 炽灼残渣的测定



称取试样1.0 g（精确至0.0002 g），按《中华人民共和国药典》2015版四部通则 0841 炽灼残渣检查法进行测定。

5 检验规则

5.1 组批

以一烘干机单独烘干后的均一的、符合标准要求的物料为一个批次。

5.2 取样

- a) 按 GB/T 6679-2003 中 4.3.1 粉末、小颗粒、小晶体的采样中，件装所规定的方法进行；
- b) 取样需用清洁、干燥的一次性样品袋。袋上贴有标签，注明生产厂名称、产品名称、批号及取样日期；
- c) 抽样时，应用清洁适用的抽样器。每批产品抽样量应不少于检验所需试样全检量的 3 倍量（约 50g），装入样品袋中，混匀。分成 2 份，一份送化验室检验，另一份密封保存作为留样。

5.3 出厂检验

- a) 产品应经生产单位的质检部门按本标准检验合格方可出厂，并附有一定格式的产品检验报告；
- b) 出厂检验项目为外观、碘海醇碘化物质量分数、水分、炽灼残渣。

5.4 判定规则

- a) 每批产品应做出厂检验，全部项目经检验符合本标准规定，则判该批合格；
- b) 判为合格的产品应加盖生产单位检验合格的标记或签发产品质量检验合格证；
- c) 结果判定按 GB/T 8170-2008 中的规定修约值比较法。

5.5 仲裁

如供需双方对产品质量发生异议时，可由双方协商选定仲裁单位，按本标准的检验规则和试验方法进行仲裁分析。

6 标志、包装、运输、贮存和保质期

6.1 标志

在每件包装上应涂刷或贴有牢固的标志，其内容包括：产品名称、批号、生产日期、保质期、厂名、厂址、净含量、标准号等，加盖生产单位检验合格的标记或附产品质量检验合格证并符合 GB/T 191-2008 的规定。

6.2 包装

本产品内包装采用双层聚乙烯袋、外包装使用纸桶或纸箱，每件净含量为 25 kg，根据用户需求或订货合同可采用其他形式包装。计量偏差按国家质量监督检验检疫总局[2005]第75号令执行。

6.3 运输



本产品作为一般化工产品运输，轻装轻卸。运输途中应有遮盖物，避免日晒雨淋，避免撞击等损坏包装等情况。搬运装卸小心轻放，不得与有毒有害或其他有污染的物品以及具有氧化性的物质混装、混运。

6.4 贮存

本产品应在密封、干燥、通风处贮存。

6.5 保质期

本产品在规定的贮存条件下，自生产之日起保质期为2 y。

企业标准信息公共服务平台
备案
2018年02月28日 11点11分



附 录 A
(规范性附录)

碘海醇碘化物的其它名称、分子式和基本物化参数

碘海醇碘化物的其它名称、结构式和基本物化参数如下：

化学名称：5-氨基-2,4,6-三碘-N,N'-双(2,3-二羟基丙基)-1,3-苯二甲酰胺

英文名称：5-Amino-N,N'-bis(2,3-dihydroxypropyl)-2,4,6-triiodo-1,3-benzenedicarboxamide

CAS号：76801-93-9

实验式： $C_{14}H_{18}I_3N_3O_6$

相对分子质量：705.03（根据2011年国际相对原子质量）