

中华人民共和国医药行业标准

饲料添加剂 磺胺喹噁啉

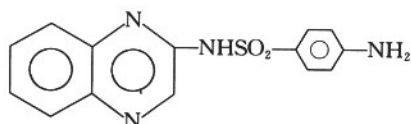
YY 0041-91

1 主题内容与适用范围

本标准规定了饲料添加剂磺胺喹噁啉产品的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输与贮存的要求。

本标准适用于化学合成法制得的磺胺喹噁啉。本品在饲料工业中作为饲料添加剂。

结构式：



化学名称：N¹-喹噁啉-2-磺酰胺(N¹-quinoxalin-2-ylsulphanilamide)

分子式：C₁₄H₁₂N₄O₂S

分子量：300.33(采用1987年国际原子量)

2 引用标准

中华人民共和国药典 1990年版 二部

3 技术要求

3.1 性状：本品为淡黄色或黄色结晶或粉末，无臭，本品遇光颜色逐渐变深。

本品在丙酮中微溶，在乙醇中极微溶解，在水中几乎不溶，在氢氧化钠或碳酸钠溶液中溶解。

3.2 项目和指标

项 目		指 标
含量(以 C ₁₄ H ₁₂ N ₄ O ₂ S 计)，%	≥	98.0
熔点(熔融同时分解)，℃	≥	244
酸度(每 1g 样品消耗 0.1mol/L 氢氧化钠液)，mL	≤	0.2
干燥失重，%	≤	1.0
炽灼残渣，%	≤	0.10
重金属(以 Pb 计)，%	≤	0.002

4 试验方法

除特殊规定外，试验中所用试剂标准均为分析纯试剂，水为蒸馏水或同等纯度的水，溶液为水溶液。

4.1 试剂和材料

国家医药管理局 1991-05-14 批准

1992-01-01 实施

- 4.1.1 盐酸(GB 622)。
- 4.1.2 硫酸(GB 625)。
- 4.1.3 乙酸(冰醋酸)(GB 676)。
- 4.1.4 稀盐酸:10%溶液(m/V)。
- 4.1.5 稀乙酸:6%溶液(m/V)。
- 4.1.6 氨试液:取氨水(GB 631)400mL,加水至1000mL,即得。
- 4.1.7 硫酸铜试液:取硫酸铜(GB 655)12.5g,加水至100mL使溶,即得。
- 4.1.8 氢氧化钠试液:取氢氧化钠(GB 629)4.3g,加水至100mL使溶,即得。
- 4.1.9 硫化氢试液:饱和硫化氢水溶液,在室温下新鲜配制。
- 4.1.10 碱性β-萘酚试液:称取β-萘酚0.25g,加氢氧化钠(GB 629)溶液(10%)使溶解,临用时新鲜配制。
- 4.1.11 氢氧化钠标准滴定溶液(0.1mol/L)配制与标定,取氢氧化钠(GB 629),采用中华人民共和国药典1990年版二部附录“滴定液”中规定的方法配制与标定。
- 4.1.12 亚硝酸钠标准滴定溶液(0.1mol/L)配制与标定,取亚硝酸钠(GB 683)、无水碳酸钠(GB 1255)及无水对氨基苯磺酸(GB 1261),采用中华人民共和国药典1990年版二部附录“滴定液”中规定的方法配制与标定。
- 4.1.13 标准铅溶液的制备:取高纯硝酸铅(HG 3—1309)、硝酸(GB 625),采用中华人民共和国药典1990年版二部附录“重金属检查法”中的“标准铅溶液的制备”中规定的方法制备。
- 4.1.14 含锌碘化钾淀粉指示液:取碘化钾(GB 1272)、氯化钾(HG 3—947),采用中华人民共和国药典1990年版二部附录“指示剂与指示液”中规定的方法配制,本液应在凉处密闭保存。
- 4.1.15 甲基红指示液:取甲基红(HG 3—958)0.1g,加氢氧化钠标准滴定溶液(0.05mol/L)7.4mL使溶解,加水稀释至200mL。
- 4.1.16 酚酞指示液:取酚酞(GB 10729)1g,加95%乙醇(GB 679)100mL溶解,即得。
- 4.1.17 碎冰。
- 4.2 仪器设备
除特殊规定外,仪器为一般实验室仪器。
- 4.3 鉴别试验
- 4.3.1 本品的红外光吸收图谱应与对照品图谱一致。
- 4.3.2 称取样品0.05g,加稀盐酸(4.1.4)4mL,温热溶解,放冷,加亚硝酸钠标准滴定溶液(0.1mol/L)数滴,滴加碱性β-萘酚试液数滴,溶液应呈黄红色。
- 4.3.3 称取样品0.02g,加水5mL,边搅拌边滴加氢氧化钠试液,溶解后,再加硫酸铜试液2~3滴,应生成黄色沉淀。
- 4.4 含量测定
- 4.4.1 测定方法
称取经干燥至恒重的样品0.5000g,精确至0.0002g,置烧杯中,加乙酸(4.1.3)75mL、盐酸(4.1.1)8mL、水25mL溶解后,冷却至15℃,加碎冰25g,将滴定管尖端插入被滴定液面下约1cm处,用亚硝酸钠标准滴定溶液(0.1mol/L)进行快速滴定,并不断振摇,滴定至近终点时,将滴定管尖端提出液面,缓缓滴定至蘸有被滴定液的玻璃棒划在涂有含锌碘化钾淀粉指示液的瓷板上时,立即显现蓝色条痕,1min后再试,仍显蓝色条痕,即为终点。
- 4.4.2 分析结果的表述
磺胺嘧啶含量以质量百分数表示,由式(1)给出:

$$X_1(\%) = \frac{V \cdot c \times 0.3003}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V ——样品消耗亚硝酸钠标准滴定溶液(0.1mol/L)的体积,mL;

c ——亚硝酸钠标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

m ——样品的质量,g;

0.3003——与1.00mL亚硝酸钠标准滴定溶液[$c(\text{NaNO}_2) = 0.1000 \text{mol/L}$]相当的、以克表示的磺胺嘧啶的质量。所得结果应表示至二位小数。

4.4.3 允许误差

本方法的相对偏差允许等于或小于0.3%。

4.5 熔点的测定

采用中华人民共和国药典1990年版二部附录“熔点测定法”中规定的方法测定。

4.6 酸度的测定

称取样品约1.0g,精确至0.001g,加水50mL,在70℃加热5min,迅速冷却至室温,过滤,分取滤液25mL,加甲基红指示液2滴,加氢氧化钠标准滴定溶液(1.0mol/L)0.5mL,溶液应呈黄色。

4.7 干燥失重的测定

4.7.1 测定方法

称取样品1.000g,精确至0.0002g,置于已恒重的称量瓶中,放置105℃恒温烘箱中,打开称量瓶盖,干燥4h取出,放入干燥器内冷却至室温称至恒重。

4.7.2 试验结果的表述

干燥失重以质量百分数表示,由式(2)给出:

$$X_2(\%) = \frac{m_1}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——样品干燥后失去的质量,g;

m_2 ——样品的质量,g。

4.8 炽灼残渣的测定

4.8.1 测定方法

采用中华人民共和国药典1990年版二部附录“炽灼残渣检查法”中规定的方法测定。

4.8.2 试验结果的表述

炽灼残渣以质量百分数表示,由式(3)给出:

$$X_3(\%) = \frac{m_3 - m_4}{m_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_3 ——坩埚与残渣总质量,g;

m_4 ——坩埚的质量,g;

m_5 ——样品的质量,g。

4.9 重金属的测定

称取样品约1g,精确至0.001g,采用中华人民共和国药典1990年版二部附录“重金属检查第二法”中规定的方法测定,与标准铅溶液2mL制成的对照液比较,不得更深。

5 检验规则

5.1 本品应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂保证所有出厂的产品均符合本标准的要求,每批出厂的产品都应附有质量证明书。

5.2 使用单位可按照本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的产品进行质量检验,检验其是否符合本标准的要求。

5.3 取样方法

用适当的取样工具伸入每件的四分之三深处,取足够量的样品均匀混合,用四分法缩分后,分取三倍检验量的样品置清洁、干燥的样品瓶中,贴上标签,注明制造厂名、产品名称、批号及取样日期。

5.4 如果在检验中有一项指标不符合本标准要求时,应重新取样,取样量是第一次的两倍量进行复验,重新检验结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品不能验收。

5.5 如供需双方对产品质量发生异议时,可由双方商请仲裁单位按照本标准规定的检验规则和试验方法进行仲裁。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 磺胺喹噁啉标签上应写明制造厂名、产品名称、批准文号、产品批号、净重等。并应注明“饲料添加剂”字样。

6.2 磺胺喹噁啉装于适宜的避光容器中,密封保存,包装应符合运输及贮藏的要求。每件装量可根据用户要求。

6.3 运输过程中应避免日晒雨淋、受热及撞击、不得与有毒有害物质混装、混运。

6.4 磺胺喹噁啉应贮存于遮光干燥处,防止受潮受热。

6.5 原包装负责期不少于三年。

附加说明:

本标准由国家医药管理局提出。

本标准由中国医药工业公司、全国饲料工业技术标准化委员会技术归口。

本标准由上海第二制药厂负责起草。

本标准主要起草人孙玉珍。

附录

相关行业标准目录

序号	标准编号	标准名称
1	HG 2418—1993	饲料添加剂 碘酸钙
2	HG 2419—1993	饲料用尿素
3	HG 2636—2000	饲料级 磷酸氢钙(含第1号修改单)
4	HG 2792—1996	饲料添加剂 氧化锌
5	HG 2860—1997	饲料级 磷酸二氢钾
6	HG/T 2861—2006	饲料级 磷酸二氢钙
7	HG 2930—1987	饲料级 丙酸钠(1997 确认)(原 GB/T 8247—1987)
8	HG 2931—1987	饲料级 丙酸钙(1997 确认)(原 GB/T 8248—1987)
9	HG 2932—1999	饲料级 硫酸铜
10	HG 2933—2000	饲料级 硫酸镁
11	HG 2934—2000	饲料级 硫酸锌
12	HG/T 2935—2006	饲料级 硫酸亚铁
13	HG 2936—1999	饲料级 硫酸锰
14	HG 2937—1999	饲料级 亚硒酸钠
15	HG 2938—2001	饲料级 氯化钴
16	HG 2939—2001	饲料级 碘化钾
17	HG 2940—2000	饲料级 轻质碳酸钙
18	HG/T 2941—2004	饲料级 氯化胆碱
19	HG 3634—1999	饲料级 预糊化淀粉
20	HG 3694—2001	饲料级 乙氧基喹(乙氧基喹啉)
21	HG/T 3774—2005	饲料级 磷酸氢二铵
22	HG/T 3775—2005	饲料级 硫酸钴
23	HG/T 3776—2005	饲料级 磷酸一、二钙
24	MT/T 745—1997	饲料添加剂用腐植酸钠技术条件
25	NY/T 916—2004	饲料添加剂 吡啶甲酸铬
26	NY/T 917—2004	饲料级 磷酸脲
27	NY/T 920—2004	饲料级 富马酸
28	NY/T 930—2006	饲料级 甲酸
29	NY/T 931—2005	饲料用乳酸钙
30	NY/T 935—2005	饲料级 缩二脲

序号	标准编号	标准名称
31	NY/T 1028—2006	饲料添加剂 左旋肉碱
32	NY/T 1246—2006	饲料添加剂 维生素 D ₃ (胆钙化醇)油
33	NY/T 1421—2007	饲料级 双乙酸钠
34	NY/T 1444—2007	微生物饲料添加剂技术通则
35	NY/T 1447—2007	饲料添加剂 苯甲酸
36	NY/T 1461—2007	饲料微生物添加剂 地衣芽孢杆菌
37	NY/T 1462—2007	饲料添加剂 β -阿朴-8'-胡萝卜素醛(粉剂)
38	NY/T 1497—2007	饲料添加剂 大蒜素(粉剂)
39	NY/T 1498—2008	饲料添加剂 蛋氨酸铁