CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF 00XX-2021

工业用 N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸

Boc-L-Phenylalanine for industrial use

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位: 常州吉恩药业有限公司,成都科龙化工试剂厂

本文件主要起草人: 王玉琴、詹玉进、楚玉红、刘林

工业用 N-叔丁氧羰基-L-丙苯氨酸

1 范围

本文件规定了工业用 N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸(以下简称"产品")的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本文件适用于以二碳酸二叔丁酯、L-苯丙氨酸为主要原料,经酰胺化反应制得的工业用 N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸。该产品主要用于合成医药的中间体。

产品的分子式、结构式等基本参数如下:

CAS NO: 13734-34-4

分子式: C₁₄H₁₉NO₄

结构式:

相对分子质量: 265.30 (按 2018 年国际相对原子质量计)

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 613 化学试剂 比旋光本领(比旋光度)测定通用方法

GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 6283 化工产品中水份含量测定 卡尔费休法 (通用方法)

GB/T 6678 化工产品采用总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 15258 化学品安全标签编写规定要求

GB/T 16631 高效液相色谱法通则

JJG814 自动电位滴定仪检定

3 术语和定义

N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸: 又称为 BOC-L-苯丙氨酸。 手性对映体: 本文件中指BOC-D-苯丙氨酸。

4 要求

工业用 N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸理化指标应符合表 1 的要求。

表 1 要求

	- 1				
 		指标			
<u>,</u> д		高纯品	合格品		
外 观		白色至类	白色结晶		
N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸纯度, w/%	≽	9	9.0		
最大单一杂质,w/%	≤	0.1	0.3		
手性对映体, w/%	≤	().1		
N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸含量,w/%		98~101.5			
熔点,℃		85~88			
比旋光度,° +24.0~+27.0					
水分, w/%	\leq	0	0.5		

5 试验方法

5.1 外观

于透明聚乙烯塑料袋中加入适量试样,在阳光或日光下目测。

5.2 N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸纯度及杂质的测定

- 5.2.1 试剂及溶液
- 5.2.1.1 乙腈(色谱级)。
- 5.2.1.2 0.05%磷酸水溶液: 0.5mL 磷酸溶于 1000mL 纯化水中。

5.2.2 仪器与设备

- a) 液相色谱仪:整机的灵敏度和稳定性应符合 GB/T 16631 的有关规定,线性范围满足分析要求;
- b) 色谱柱: Shim-pack VP-ODS 150mm×4.6mm×5um (或类似 C-18 色谱柱)
- c) 检测器: 紫外检测器;
- d) 工作站: 与气相色谱仪匹配的工作站。
- e) 进样器:自动进样器或100ul微量进样针。
- f) 典型的色谱操作条件

本标准推荐的色谱柱及典型的色谱操作参数见表2。典型色谱图及各组分相对保留时间见附录A图A.1和表A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

测定条件表 2 推荐的色谱操作条件

项目	参数
柱温	30℃
检测波长	210nm
流速	1mL/min
稀释剂	50%乙腈+50%水
进样体积	20µL

流动相		乙腈+ 0.05%	磷酸水溶	液
	时间	乙腈	0.05%	磷酸水溶液
	Omin	20		80
	10min	20		80
	20min	40		60
流动相梯度	30min	40		60
	40min	100		0
	45min	100		0
	45.01min	20		80
	55min	20		80
运行时间		55min		

5.2.3 样品的制备

空白溶液: 50%乙腈+50%水

样品溶液:取样品约 0.02g 置于 10ml 的容量瓶中,用稀释剂稀释到刻度,摇匀使样品全部溶解即得。

5.2.4 分析步骤

启动液相色谱仪,按表 2 所列色谱操作条件调试仪器,稳定后用进样器分别按空白溶液一针、样品溶液两针进样分析,用色谱工作站处理计算结果。

5.2.5 结果计算

N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸纯度纯度或最大单杂 W_i ,按公式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \tag{1}$$

式中:

 A_i ——组分i的峰面积;

$\sum A_i$ ——所有组份的峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,纯度两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1%,最大单杂两次平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

5.3 对映异构体的测定

5.3.1 试剂及溶液

- 5.3.1.1 异丙醇(色谱级);
- 5.3.1.2 正己烷(色谱级);
- 5.3.1.3 BOC-D-苯丙氨酸;
- 5.3.1.4 三氟乙酸(分析纯)。

5.3.2 仪器与设备

- a) 液相色谱仪:整机的灵敏度和稳定性应符合 GB/T 16631 的有关规定,线性范围满足分析要求;
- b) 色谱柱: 手性柱, CHRIALPAK IA 250mm×4.6mm×5um
- c) 检测器: 紫外检测器;
- d) 工作站: 与气相色谱仪匹配的工作站。
- e) 进样器:自动进样器或100ul微量进样针。
- f) 典型的色谱操作条件

本标准典型的色谱操作条件见表2。典型色谱图及各组分相对保留值见附录A、图A. 1和表A. 1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

项目	参 数
柱温	30℃
检测波长	210nm
流速	11mL/min
流动相	正己烷: 异丙醇: 三氟乙酸=800: 200: 1 (体积比)
稀释剂	流动相
进样体积	20µL
运行时间	15 分钟

表 2 推荐的色谱柱及色谱操作条件

5.3.3 样品的制备

空白溶液:流动相。

手性对映体定位溶液: 称取BOC-D-苯丙氨酸0.03g至100ml容量瓶中,用流动相稀释至刻度,再移取1mL至10mL容量瓶中,用流动相稀释至刻度。

样品溶液:取样品 0.03g 置于 10mL 的容量瓶中,用流动相到刻度,即为样品溶液。

5.3.4 分析步骤

启动液相色谱仪,按表2所列色谱操作条件调试仪器,稳定后分别按空白溶液一针、样品溶液两针、 手性对映体定位溶液一针进样分析,用色谱工作站按面积归一化计算结果。

5.3.5 结果计算

对映异构体Wi, 按公式(2)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \tag{2}$$

式中:

 A_i ——样品中手性对映体的峰面积;

 $\sum A_i$ ——样品中所有组份的峰面积之和。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,对映异构体两次平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

5.4 N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸滴定含量的测定

5.4.1 试剂及溶液

- 5.4.1.1 氢氧化钠标准滴定溶液: C(NaOH)=0.1mo1/L
- 5.4.1.2 乙醇 (分析纯)

5.4.2 仪器与设备

- 5.4.2.1 自动电位滴定仪:整机的灵敏度和稳定性应经过 JJG814 的检定 ,配玻璃参比电极;
- 5.4.2.2 分析天平: 感量 0.1mg。

5.4.3 操作步骤

称取本品 $0.2g\sim0.4g$,精确至 0.0002g。置于 100mL 烧杯中,加入 50m1 乙醇溶解,利用自动电位滴定仪滴定,标准滴定溶液为 0.1m0/L 的氢氧化钠,并判断终点。同时做空白试验。

5.4.4 结果计算

N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸含量 W1 按公式(3) 计算:

$$w1 = \frac{(V1 - V0) \times M \times C}{m \times 1000} \times 100\%...(3)$$

式中:

- V1 样品滴定消耗氢氧化钠滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);
- VO —— 空白滴定消耗氢氧化钠滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);
- C 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L)
- m 样品的质量的数值,单位为克(g)。
- M —— 产品的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=265.30)

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%

5.5 熔点范围的测定

按 GB/T617 之规定进行,取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,纯度两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 $^{\circ}$ 。

5.6 比旋光度的测定

称取样品 1.0g (精准确至 0.0002g) 置于 100ml 容量瓶中,用乙醇稀释至刻度,按 GB/T 613 规定进行测定。

5.7 水分的测定

按 GB/T 6283 之规定进行。

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0.05%。

6 检验规则

6.1 组批

在原材料、工艺不变的条件下,每混合釜一次混合量为1批,每批总量不超过2吨。

6.2 抽样

产品抽样方法按GB/T 6678, GB/T 6679规定进行取样,应从不少于3个包装单位中随机抽取,少于3个包装时应每个包装取样,取样量不少于50g,将样品平均分为两份,放入PE袋,密封好,贴上标签,标签上应注明产品名称、批号、取样日期及取样人,一瓶供检验用,另一瓶保存备查,出厂检验。

6.3 出厂检验

- 6.3.1 产品应经公司质量检验部门出厂检验合格并附合格证明方可出厂;
- 6.3.2 出厂检验项目为表 1 中的全部项目

6.3.3 判定

检验结果的判定按 GB/T 8170 修约值比较法进行。检验结果如有不合格项,可至同批产品中加倍抽样,对不合格项进行复验,如复验结果仍不合格,则判该批产品不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 产品包装容器上应在明显位置粘贴、挂拴或喷印符合 GB 15258 规定的标签,并应涂有牢固的标志,其内容包括:

- a) 生产厂名称;
- b) 产品名称:
- c) 厂址;
- d) 商标;
- e) 生产日期和批号;
- f) 净含量;
- 7.1.2 每一批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书, 其内容包括:
 - a) 产品名称;
 - b) 生产厂名称、厂址;
 - c) 生产日期和批号:
 - d) 产品检验结果和检验结论;
 - e) 执行标准编号。

7.2 包装

本产品装入纸袋、纸板桶、钢桶或塑料桶中,每桶(袋)净含量可为 25kg 或 50kg。其它包装形式可按合同约定。

7.3 运输

本产品在运输过程中应防止雨淋、日光曝晒、避免撞击。

7.4 贮存

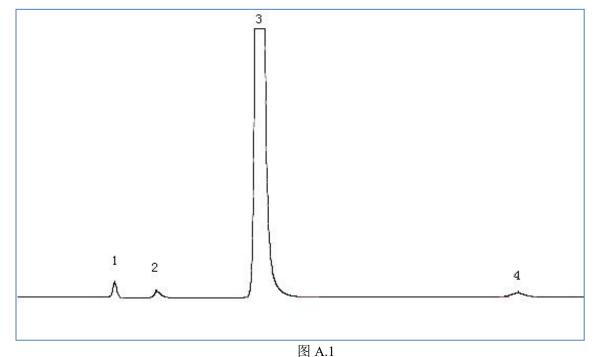
本产品应贮存在通风干燥阴凉的库房内。在上述贮运条件下,未经启封的产品自生产之日起有效贮存期为三年。

附 录 A (资料性附录)

工业用 N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸及主要杂质测定的典型色谱图

A. 1 工业用N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸及主要杂质测定的典型色谱图

典型色谱图见图A.1



(1- L-苯丙氨酸; 2-未知峰; 3-N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸; 4-未知峰)

A. 2 各杂质的相对保留时间

各组分的相对保留时间见表A.1。

峰号	组分名称	相对保留时间
1	L苯丙氨酸	0. 073
2	N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸	1.00

表A.1

B. 1 工业用N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸对映异构体测定的典型色谱图

典型色谱图见图B.1

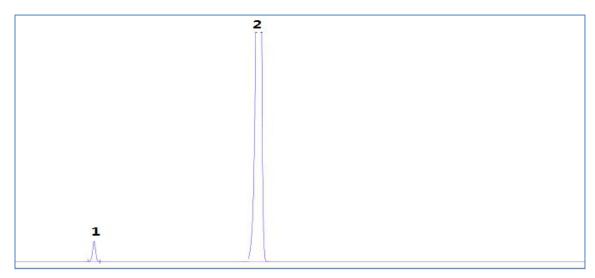


图 B.1

(1- BOC-D-苯丙氨酸; 2-N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸)

B. 2 各杂质的相对保留值

各组分的相对保留值见表B.1。

峰号	组分名称	相对保留时间	
1	BOC-D-苯丙氨酸(对映异构体)	0. 59	
2	N-叔丁氧羰基-L-苯丙氨酸	1.00	

表B.1

工业用 BOC-L-苯丙氨酸团体标准编制说明

1 项目背景

工业用 BOC-L-苯丙氨酸是抗病毒药物重要的中间体,用途广泛,但国内一直没有 BOC-L-苯丙氨酸的相关标准。为了进一步规范市场管理,正确评价产品质量,促进行业进步,需对 BOC-L-苯丙氨酸产品质量、规格分类、生产包装、试验检验等加以规范统一,不但能为广大消费者提供更好的选择、监督以及纠纷仲裁的依据,而且对 BOC-L-苯丙氨酸的推广应用和健康发展都有深远的意义。该团体标准的建立,可弥补国内空白,为国内生产和企业提供统一的验证标准,促进 BOC-L-苯丙氨酸产业及其相关产业的可持续发展,减少贸易摩擦和提供国际市场竞争力,具有十分重要的意义和作用。

2 任务来源

根据国中国石油和化学工业联合会《关于印发 2020 年第二批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》中石化联质发(2020)140 号,共确定《重整用石脑油》等 102 项标准项目为 2020 年第二批石化联合会团体标准计划项目,制订工业用 BOC-L-苯丙氨酸团体标准的起草工作由常州吉恩药业有限公司和成都科龙化工试剂厂共同承担。

3 标准制定工作简况

3.1 标准制定相关单位及人员

本标准由江苏省质量协会提出并归口。

本标准主要起草单位: 常州吉恩药业有限公司、成都科龙化工试剂厂

本标准主要起草人员: 王玉琴、詹玉进、楚玉红、刘林

3.2 主要工作过程

团体标准正式立项后,标准起草单位组织相关技术人员以公司自主制定的企业标准及药企客户的特殊要求为支撑,经过充分的调研和分析研究,在起草组内部进行了多次研讨,修改形成了《BOC-L-苯丙氨酸》团体标准的草案。

4 标准编制原则、主要内容及确定依据

4.1 编制原则

- **4.1.1** 标准的编制遵循规范性、适用性和可操作性原则,标准按 GB/T 1.1-2020《标准化工导则 第 1 部分:标准化文件的结构和起草规则》进行起草。
- **4.1.2** 标准根据 GB/T 6679《固体化工产品采样通则》,对 BOC-L-苯丙氨酸的采样规则,采样数量进行规定。
- 4.1.3 根据 GB/T 191-2008《包装储运图示标志》的信息和一些材料的介绍, 在标准文本第7章"标志、包装、运输和贮存"中规定了相关要求。
- 4.1.4 团体标准内容制定时吸收国内外同行业先进技术和经验的基础上,广泛收集国内同行及使用厂家的意见,结合行业现状,作为制定本标准的技术依据。制定标准时既考虑实用性和可操作性,也力求使技术要求满足医药行业的要求。

4.2 项目设置、指标值的确定和分析方法的选择

4.2.1 项目设置

从 BOC-L-苯丙氨酸的生产过程及下游客户的关注点来看,能体现产品质量的理化指标的纯度、最大单杂、手性对应体、含量、熔点、干燥失重,水分和比旋光度等,国内外企业标准基本上也是通过纯度、最大单杂、手性对应体、含量、熔点、干燥失重,水分和比旋光度体现产品质量。可以与国内外客户接轨。

4.3 分析方法的选择

4.3.1 纯度及杂质的试验方法

由于 BOC-L-苯丙氨酸所含杂质多为有紫外吸收有机物质,根据其本身的化学性质,本标准草案分析方法是在相关生产企业的企业标准分析方法而确定的,BOC-L-苯丙氨酸纯度及杂质使用液相色谱法。该方法通过药厂的方法验证,比较可靠。

- 液相色谱仪:整机的灵敏度和稳定性应符合 GB/T 16631 的有关规定,线性范围满足分析要求;
- 色谱柱: Shim-pack VP-ODS 150mm×4.6mm×5um (或类似 C-18 色谱柱)
- 检测器: 紫外检测器;
- 工作站: 与气相色谱仪匹配的工作站。
- 进样器: 自动进样器或 100ul 微量进样针。

典型的色谱操作条件

7.1. A O 14 A O 14 A O 1								
项目	参数							
柱温		30℃						
检测波长		210n	m					
流速		1mL/r	nin					
稀释剂		50%乙腈+	-50%水					
进样体积		20μ	L					
流动相		乙腈+ 0.05%	磷酸水溶液	夜				
流动相梯度	时间	乙腈	0.05%	磷酸水溶液				
	0min	20		80				
	10min	20		80				
	20min	40		60				
	30min	40		60				
	40min	100		0				
	45min	100		0				
	45.01min	20		80				
	55min	20		80				
运行时间		55mi	n					

4.3.2 手性异构体的试验方法

对于制药行业来说, 手性异构体BOC-D-苯丙氨酸对药品的影响很大。

测试手性异构体的方法为液相色谱法: 手性色谱柱,正相条件经过分离,测定手性异构体的含量。通过加入手性对照品定位后,找出手性异构体的出峰位置,进行面积归一化计算。

- 液相色谱仪:整机的灵敏度和稳定性应符合 GB/T 16631 的有关规定,线性范围满足分析要求;
- 色谱柱: 手性柱, CHRIALPAK IA 250mm×4.6mm×5um
- 检测器: 紫外检测器;
- 工作站: 与气相色谱仪匹配的工作站。

- 进样器: 自动进样器或 100ul 微量进样针。
- 典型的色谱操作条件

项 目	参 数
柱温	30℃
检测波长	210nm
流速	11mL/min
流动相	正己烷: 异丙醇: 三氟乙酸=800: 200: 1 (体积比)
稀释剂	流动相
进样体积	20µL
运行时间	15 分钟

4.3.3 滴定含量的方法

采用经典的酸碱滴定法,利用自动电位滴定仪进行操作,方法经典可靠。 自动电位滴定仪:整机的灵敏度和稳定性应经过 JJG814 的检定,配玻璃参比电极; 分析天平:感量 0.1 mg。

操作步骤

称取本品 $0.2g\sim0.4g$,精确至 0.0002g。置于 100mL 烧杯中,加入 50mL 乙醇溶解,利用自动电位滴定仪滴定,标准滴定溶液为 0.1mo1/L 的氢氧化钠,并判断终点。同时做空白试验。

结果计算

BOC-L-苯丙氨酸含量 W1 按公式 (3) 计算:

$$w1 = \frac{(V1 - V0) \times M \times C}{m \times 1000} \times 100\%...(3)$$

式中:

V1 — 样品滴定消耗氢氧化钠滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);

VO —— 空白滴定消耗氢氧化钠滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);

c — 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L)

m — 样品的质量的数值,单位为克(g)。

M — 产品的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mo1)(M=265.30)

4.3.4 熔点的试验方法

按 GB/T617《化学试剂 熔点范围测定通用方法》中相关规定进行测定,该方法是经典的,方法可靠有效。

4.3.5 比旋光度的测定

按 GB/T 613《化学试剂 比旋光本领(比旋光度)测定通用方法》中相关规定进行测定,该方法是经典的,方法可靠有效。

4.3.5 水分含量的试验方法

按GB/T 6283-2008《化工产品中水份含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)》中相关规定进行测定,卡尔·费休法测定有机化工产品是经典的,方法可靠有效。

4.3.6 检测数据汇总

吉恩数据及成都科龙数据汇总,见附表 A1

5 团体标准先进水平对比情况

- 5.1 本团体标准填补了国内空白。
- 5.2 本标准的技术要求已达到国内外先进的技术水平。
- 5.3 先进性比对表见下表 1。

表 1 先进性比对表

	关键性指标对标								
- W			标准	柘	d. M. M.				
序号	指标 名称	节章	内容 ²	对比标准编号 及名称	章 节	内容	先进性 性质		
1	BOC-L-苯 丙氨酸纯度	第4章 表1	≥99.0%	-	-	-	В		
2	最大单杂,	第 4 章 表 1	高纯品≤0.1% 合格品≤0.3%	-	-	-	В		
3	含量	第4章 表1	99%~101.5%	-	-	-	В		
	熔点,	第 4 章 表 1	85°C∼88°C	~	-	-	В		
	比旋光度	第 4 章 表 1	+24.0° ~+27.0°	-	-	-	В		
	水分	第 4 章 表 1	≤0.5%	-	_	-	В		

6 与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性

6.1 目前国内执行的标准

无

- 6.2 标准协调性
- 6.2.1 本标准与相关法律、法规、规章、强制性标准无冲突、与我国有关法律法规和其他标准相互协调,无矛盾抵触。
- 6.2.2 本标准不存在低于相关国家、行业、地方标准等推荐性标准的情况。

7 社会效益和经济效益

本标准的制定,能够提高产品质量,维护用户权益,提高企业核心竞争力,在更好的满足社会 需求同时,提高企业的经济效益、社会效益和生态效益。

8 重大分歧意见的处理经过和依据

在标准的编制过程中,广泛征求了行业相关单位、相关客户的意见和建议,主要针对标准规定中各项技术指标的要求范围做了深入研讨,并提供了实验数据支持的有力证据,最终对标准要求达成一致。编制过程中对标准的主要内容并未产生重大意见分歧。

9 贯彻标准的要求和措施建议

为更好的宣贯本标准,建议由团体标准发布单位组织,由起草单位作为宣贯主体,向相关团体成员单位及相关客户进行宣贯,扩大标准执行范围,提高标准实施效果。

10 其他应予说明的事项

无。

附表 A1 不同厂家 BOC-L-苯丙氨酸检测数据汇总

序号	外观	纯度≥99.0%	单一杂质	手性异构体	滴定含量	水分	熔点	比旋光度	备注
/1 7	71790	ラロ/文 2 77:070	≤0.1%	≤0.1%	99%~101.5%	≤0.5%	85℃-88℃	+24° ~+27°	ри (-12-
1	白色结晶	99.9	0.02	ND	99.8	0.02	85-87	25.6	
2	白色结晶	99.9	0.03	ND	100	0.02	85-86.5	25.1	
3	白色结晶	99.9	0.03	ND	100	0.02	85-87	24.7	
4	白色结晶	99.9	0.03	ND	100.1	0.01	85-87	25.3	
5	白色结晶	99.9	0.03	ND	100.2	0.02	85-87	25	士田 粉 把
6	白色结晶	99.9	0.03	ND	100.1	0.02	85-87	25.1	吉恩数据
7	白色结晶	99.9	0.03	ND	100.3	0.01	85-87	25.3	
8	白色结晶	99.9	0.04	ND	100.4	0.01	85-87	25.4	
9	白色结晶	99.9	0.04	ND	100.3	0.03	85-87	25.3	
10	白色结晶	99.9	0.04	ND	100.3	0.02	85-87	24.7	
11	白色结晶	99.9	0.03	ND	100.2	0.02	85-87	24.8	
13	白色结晶	99.9	0.03	ND	100.4	0.01	85-87	25.1	
14	白色结晶	99.9	0.03	ND	100.2	0.01	85-88	25.4	
15	白色结晶	99.9	0.03	ND	100.3	0.01	85-87	25.1	*************************************
16	白色结晶	99.9	0.03	ND	100.2	0.02	85-87	24.8	- 科龙数据 -
17	白色结晶	99.9	0.03	ND	100.4	0.02	85-87	26.2	
18	白色结晶	99.9	0.03	ND	100.3	0.02	85-87	25.8	
19	白色结晶	99.9	0.03	ND	100.4	0.02	85-87	25.9	
20	白色结晶	99.9	0.03	ND	99.9	0.04	85-87	25.6	