

中国食品药品检定研究所

乙腈技术标准

【性状】 本品为澄清，无色液体

【检查】

水分 取本品适量，采用卡氏水分测定法（或库仑水分测定仪），测定本品的水分应不得过 0.01%。

紫外吸收 采用紫外吸收光谱，以水为空白，在 190~400nm 波长范围内检测乙腈的吸收曲线及相应波长下的吸收度。在 190nm 波长处，吸收度应不得过 1.00；在 200nm 波长处，吸收度应不得过 0.05；在 210nm 波长处，吸收度应不得过 0.03；在 220nm 波长处，吸收度应不得过 0.01；在 254nm 波长处，吸收度应不得过 0.005；在 400nm 波长处，吸收度应不得过 0.005。

色度 采用目视法，在白色背景下，比较比色管中样品与规定黑曾单位的同体积的铂-钴标准溶液比较，应不深于 10 黑曾单位溶液。

500 黑曾单位铂-钴标准溶液：准确称取 1.000g 氯化钴（ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ）和 1.245g 的氯铂酸钾（ H_2PtCl_6 ），溶于 100ml 盐酸和适量水中，稀释至 1000ml，摇匀。以 1cm 吸收池，以水为空白进行分光光度法测定，溶液的吸光度应在下表范围内。本溶液应在暗处密封保存 6 个月内使用。

波长, nm	吸光度, Abs
0	0.110~0.120
450	0.130~0.145
480	0.105~0.120
510	0.055~0.065

稀铂-钴标准溶液：吸取不同体积的 500 黑曾单位铂-钴标准溶液，稀释至 100ml，得到不同黑曾单位的稀铂-钴标准溶液。计算公式如下：

$$V = \frac{N \times 100}{500}$$

V——配制 100mlN 黑曾单位的铂-钴标准溶液所需 500 黑曾单位铂-钴标准溶液的体积，ml；

N——欲配制的稀铂-钴标准溶液的黑曾单位数。

注：稀铂-钴标准溶液应在使用前配制。

荧光痕量杂质 采用荧光分光光度法，荧光分光光度计狭缝宽为 10nm，扫描速度为 60nm/min。以无荧光杂质的去离子水为空白，将发射设置为 0，调整激发光的波长在 330~370nm，扫描硫酸奎宁标准溶液以获得显示最大的激发波长。将该波长设置为激发波长

(尽量接近 350nm), 设置发射波长从 220nm~700nm 范围内进行扫描。记录此标准溶液的最大吸收。硫酸奎宁标准液的扫描图谱应当平滑, 其最大荧光吸收峰应在 440~460nm 内。在设定的波长范围内对样品进行扫描, 记录最大吸收。按下式计算结果, 在 450nm 处, 其最大峰值以奎宁计应不大于 0.3ppb; 最大峰值以奎宁计应不大于 1.0ppb。

按样品在 450nm 处的荧光纯度和最大峰值 (以 ppb 计) 计算数据:

$$\text{ppb}_{\text{max}} = \text{荧光值}_{\text{max}} \times 2.5 / \text{荧光值}_{\text{标准}}$$

$$\text{ppb}_{450} = \text{荧光值}_{450} \times 2.5 / \text{荧光值}_{\text{标准}}$$

硫酸奎宁溶液 A (50 $\mu\text{g}/\text{ml}$): 取 60.4mg 硫酸奎宁溶解于 1000ml 的 0.1mol/L 硫酸。溶液 A 每毫升含 50 微克奎宁。(棕瓶中密封保存 6 个月)。

硫酸奎宁溶液 B (50ng/ml): 取 1ml 硫酸奎宁溶液 A, 用 0.1mol/L 硫酸溶液稀释至 1000ml。溶液 B 每毫升含 50 纳克奎宁。(棕瓶中密封保存 6 个月)。

硫酸奎宁标准溶液 (2.5ppb 奎宁基液): 取 5.0ml 硫酸奎宁溶液 B, 用 0.1mol/L 硫酸溶液稀释至 100ml。此标准溶液应在 450nm 处发射光的强度应超过记录量程的 80%。(棕瓶中密封保存 2 个月)。

可滴定酸 采用滴定法。准确量取 13.0ml (10g) 样品于 250ml 三角瓶中, 与 13ml 煮沸并冷却的水混合后, 加入 2~3 滴酚酞指示剂溶液, 用 0.01mol/L 氢氧化钠标准滴定液滴定溶液由无色至粉红色, 并保持 30s。按下式计算可滴定酸, 应不大于 0.0008meq/g。

滴定酸含量 X (以乙酸计), 数值以 meq/kg 表示, 按下式计算:

$$X = \frac{V \times c}{13 \times \rho}$$

式中: V——消耗标准滴定液的体积, ml;

C——标准滴定液浓度, mol/L;

ρ ——样品的密度, g/ml。

酚酞指示剂: 10g/L。

可滴定碱 采用滴定法。准确量取 100ml 样品于 250ml 三角瓶中, 加入 3 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂, 用 0.01mol/L 盐酸标准滴定液滴定溶液由橙色变成刚刚带微红的橙色, 并保持 30s。按下式计算可滴定碱, 应不大于 0.0006meq/g。

滴定碱含量 X (以氨计), 数值以 meq/kg 表示, 按下式计算:

$$X = \frac{V_{\text{HCl}} \times c}{V \times \rho}$$

式中: V_{HCl} ——消耗标准滴定液的体积, ml;

V——样品的体积, ml;

C——标准滴定液浓度, mol/L;

ρ ——样品的密度, g/ml。

溴甲酚绿-甲基红混合指示剂: 3: 1。

HPLC 梯度洗脱 按 HPLC 法，采用 C18 色谱柱，分别在 210nm 和 254nm 波长处，以乙腈为流动相 A，以水为流动相 B，流速为 2.0ml/min 的梯度洗脱方式记录洗脱过程中的最大峰值，分别应不得过 0.001 和 0.0005 (AUFS)。

时间 (分钟)	A (%)	B (%)
0	20	80
10	20	80
30	100	0
40	100	0

纯度 采用气相色谱法，实验条件为：色谱柱为 SPB-1，规格为 30m×0.32mm×1.0μm；柱温 40℃维持 8min，10℃/min 升至 120℃维持 1min；进样口温度 200℃；载气为氮气；流速：2.0ml/min；分流比 20: 1；进样体积：1.0μl；检测器：FID，温度为 250℃。精密量取样品 1ml 置 100ml 量瓶中，用水稀释至刻度。对照品溶液制备同样品溶液制备。纯度应不低于 99.95%。

www.uarlab.com