

# 中国食品药品检定研究所

## 甲醇技术标准

**【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 0.02%。

**紫外吸收** 采用紫外吸收光谱，以水为空白，在 190~400nm 波长范围内检测甲醇的吸收曲线及相应波长下的吸收度。在 205nm 波长处，吸收度应不得过 1.00；在 225nm 波长处，吸收度应不得过 0.15；在 254nm 波长处，吸收度应不得过 0.01；在 400nm 波长处，吸收度应不得过 0.01。

**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）。

**羰基化合物** 采用紫外分光光度法。取溶液 B 0, 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5, 15.0, 20.0ml 于 25ml 容量瓶中，用无羰基甲醇稀释至刻度，制成每毫升含 0, 3, 6, 9, 12, 15, 18, 24 $\mu\text{g}$  甲醇的溶液。取上述溶液 1ml 置于比色管中，分别加入 1ml 2,4-二硝基苯肼溶液，盖紧塞子置于 50 $\pm$ 2 $^{\circ}\text{C}$  水浴中，30min 后取出，冷却至室温，分别加入 5ml 氢氧化钾溶液，混匀，放置 15min 后，用分光光度计在 430nm 波长处测定各标准溶液的吸光度。以吸光度为纵坐标，标准溶液的甲醇含量为横坐标，绘制标准曲线。取 1ml 甲醇样品于比色管中，取 1ml 无羰

基甲醇于另一支比色管中作为空白，在 430nm 波长处测定。根据标准曲线及样品的吸光度计算相当于甲醇含量的质量 ( $\mu\text{g}$ )。按下式计算，本品含羰基化合物应不得过 0.001%。

羰基化合物 (HCOH 计) 含量 X 以质量百分数表示，按下式计算：

$$X = \frac{m \times 100}{V \cdot \rho_t \times 10^6}$$

式中： $m$ ——根据标准曲线上查出的甲醇量， $\mu\text{g}$ ；

$V$ ——样品的体积，ml；

$\rho_t$ ——温度  $t$  时的密度，g/ml。

无羰基甲醇：取 1L 甲醇于蒸馏瓶中，加入 6g 2,4-二硝基苯肼，10 滴盐酸，将蒸馏瓶放于水浴中，采用回流冷凝器，加热沸腾并回流 3~4 小时放置过夜，装上适宜的分馏柱和冷凝器进行缓慢蒸馏，弃去初馏液 75ml，保留续馏液 850ml。如馏出液有颜色，则需重新蒸馏。

氢氧化钾溶液：取氢氧化钾 10g，溶于 20ml 水中，冷却后加无羰基甲醇 80ml，混匀。此溶液需当日配制。

2,4-二硝基苯肼溶液：精密称取 2,4-二硝基苯肼 0.03g，溶于 49ml 无羰基甲醇中，加入 1.5ml 盐酸，混匀。次溶液需当日配制。

羰基化合物标准溶液：精密量取苯乙酮 1.2000g，至 100ml 干燥的容量瓶中，加无羰基甲醇稀释至刻度，混匀。此溶液为溶液 A。取溶液 A 1.0ml 于 100ml 干燥的容量瓶中，加无羰基甲醇稀释至刻度，摇匀，此溶液为溶液 B。本溶液每 1ml 含苯乙酮 0.00012g，相当于甲醛 30 $\mu\text{g}$ 。

**可滴定酸** 采用滴定法。用量筒量取无二氧化碳的水 100ml 于 250ml 三角瓶中，加 2 滴酚酞指示液，用 0.01mol/L 氢氧化钠标准滴定液滴定至粉红色，并保持 30s。加入 25.2ml (20g) 样品，摇匀，用 0.01mol/L 氢氧化钠标准滴定液滴定至粉红色，并保持 30s。按下式计算可滴定酸，应不大于 0.0003meq/g。

样品的酸度 (以  $\text{H}^+$  计) 质量摩尔浓度  $b$ ，数值以 meq/kg 表示，按下式计算：

$$b_{(\text{H}^+)} = \frac{V \times c}{m}$$

式中： $V$ ——消耗标准滴定液的体积，ml；

$C$ ——标准滴定液浓度，mol/L；

$m$ ——样品的质量，g。

酚酞指示剂：10g/L。

**可滴定碱** 采用滴定法。用量筒量取无二氧化碳的水 100ml 于 250ml 三角瓶中，加 2 滴甲基红指示液，用 0.01mol/L 盐酸标准滴定液滴定溶液由黄色变为红色，并保持 30s。加入 25.2ml (20g) 样品，摇匀，用 0.01mol/L 盐酸标准滴定液滴定溶液由黄色变为红色，并保持 30s。按下式计算可滴定碱，应不大于 0.0002meq/g。

样品的碱度 (以  $\text{OH}^-$  计) 质量摩尔浓度  $b$ ，数值以 meq/kg 表示，按下式计算：

$$b_{(OH^-)} = \frac{V \times c}{m}$$

式中：V——消耗标准滴定液的体积，ml；

C——标准滴定液浓度，mol/L；

m——样品的质量，g。

甲基红指示剂：1g/L。

**蒸发残渣** 准确量取样品（1250±0.1）ml 于 110℃干燥至恒重的蒸发皿中，放于水浴中，蒸发至干，置于（110±2）℃的烤箱中加热 2 小时，至恒重。遗留残渣应不得过 0.0002%。

**HPLC 梯度洗脱** 按 HPLC 法，采用 C18 色谱柱，在 254nm 波长处，以甲醇为流动相 A，以水为流动相 B，流速为 1.0ml/min 的梯度洗脱方式记录洗脱过程中的最大峰值，应不得过 0.001（AUFS）。

时间（分钟）	A（%）	B（%）
0	20	80
30	20	80
50	100	0
60	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 99.9%。