

3201 苯酚（石炭酸）残留量测定法（标准草案）

1 对照品溶液的制备

取苯酚（精制品，见附注 4）适量，精密称定，加水制成每 1.0ml 含 0.1mg 的溶液，即得。

2 供试品溶液的制备

取供试品 1.0ml，置 50ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得。

3 测定法

分别精密量取对照品溶液和供试品溶液各 5.0ml，置 100ml 量瓶中，加水 30ml，分别加醋酸钠试液 2.0ml，对硝基苯胺、亚硝酸钠混合试液 1.0ml，混合，再加碳酸钠试液 2.0ml，加水至刻度，充分混匀，放置 10 分钟后，按紫外-可见分光光度法（《中国兽药典》一部附录）在 550nm 的波长处测定吸光度，计算即得。

$$\text{苯酚含量}\%(\text{g/ml}) = 0.005 \times \frac{\text{供试品溶液的吸光度}}{\text{对照品溶液的吸光度}} \times 100\%$$

附注：

1 碳酸钠试液的配制 取碳酸钠 10.5g，加水 100ml，使溶解。

2 对硝基苯胺、亚硝酸钠混合试液的配制

2.1 取对硝基苯胺 1.5g，加盐酸 40ml，加水至 500ml，加热使溶解。

2.2 取亚硝酸钠 10.0g，加水 100ml，使溶解。

使用时，取 2.1 中溶液 25ml，加 2.2 中溶液 0.75ml，混合。

3 醋酸钠试液的配制 取醋酸钠 25.0g，加水溶解成 100ml，即得。

4 苯酚精制品的制备及其含量标定

4.1 制备 取苯酚，直火蒸馏，弃去初馏液，接收 181~182℃的馏分。

4.2 含量标定 取本品约 0.5g，精密称定，置 500ml 量瓶中，加水适量使溶解并稀释至刻度，摇匀；精密量取 25ml，置碘瓶中，精密加溴滴定液（0.1mol/L）25ml，再加盐酸 5.0ml，立即密塞，振摇 30 分钟，静置 15 分钟后，注意微开瓶塞，加碘化钾试液 6.0ml，立即密塞，充分振摇后，加三氯甲烷 1.0ml，摇匀，用硫代硫酸钠滴定液（0.1mol/L）滴定，至近终点时，加淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失，并将滴定的结果用空白试验校正，即得。每 1.0ml 溴滴定液（0.1mol/L）相当于 1.569mg 的苯酚。