

辛酸残留量测定法（标准草案）

1 辛酸对照溶液的制备

精密量取辛酸适量，加三氯甲烷溶解并稀释制成浓度为 0.1%（V/V）的溶液。

2 蛋黄三氯甲烷溶液的制备

取蛋黄内容物 1 份、磷酸盐缓冲液（pH 值 6.4）3 份，混匀，加入三氯甲烷 4 份，强力振摇，混匀，3500r/min 离心 5 分钟，取上清液。

3 测定法

量取辛酸对照溶液、蛋黄三氯甲烷溶液、供试品各 0.3ml，置于不同的干燥具塞试管中，分别加入磷酸盐缓冲液（pH 值 6.4）0.1ml 与铜试剂 2.0ml，再向辛酸对照溶液管中加三氯甲烷 5.7ml、向其余各管中加三氯甲烷 6.0ml。强力振摇 15 分钟，静置 10 分钟，3500r/min 离心 5 分钟，弃去上层液体与蛋白凝块，吸取下层液体 4.0ml，分别置于另一组干燥试管中，加显色剂 0.5ml，混匀，放置 5 分钟。另取水 0.3ml，同法操作，作为空白溶液。

按紫外-可见分光光度法（《中国兽药典》一部附录），在 440nm 的波长处测定吸光度。供试品溶液的吸光度减去蛋黄三氯甲烷溶液的吸光度应小于辛酸对照溶液的吸光度。

附注：

1 磷酸盐缓冲液（pH 值 6.4）的配制

磷酸二氢钾溶液：取磷酸二氢钾 4.54g，加水 1000ml，使溶解。

磷酸氢二钠溶液：取磷酸氢二钠 11.94g，加水 1000ml，使溶解。

取磷酸二氢钾溶液 73.3ml、磷酸氢二钠溶液 26.7ml，混合。

2 显色剂的配制 取二乙基二硫代氨基甲酸钠（ $\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{CS}_2\text{Na}$ ）100mg，加正丁醇 100ml，使溶解。

3 铜试剂的配制 取 1mol/L 三乙醇胺溶液 9 份、1mol/L 醋酸溶液 1 份、64.5g/L 硝酸铜溶液 10 份，混匀。

4 注意事项

4.1 显色前吸取下层液体时，吸管不得触碰管壁。

4.2 检验中涉及溶液移取、配制、存放等操作，均应使用玻璃器具，不得使用或接触塑料、橡胶类器具。