2 肟醚质量分数的测定（外标法）

2.1仪器与试剂

仪器：岛津高效液相色谱仪(日本岛津公司)，紫外检测器

色谱柱：Shim-packGIST C18，4.6 mm×150 mm×5 μm 。

试剂：肟醚标准品（含量≥99.0％，）；

水:超纯水（GB6682，一级）；

甲醇：色谱纯；

磷酸：分析纯；

2.2 高效液相色谱操作条件

甲醇+0.1%磷酸水溶液=55+45(V/V)经过滤（0.45m尼龙膜）、脱气处理。

流量：1.2 mL/min；

柱温：40℃

检测波长：210nm；

进样体积：5.0 uL；

定量方法：外标法；肟醚保留时间：8.194min；

以上为典型操作参数，可根据不同的仪器特点，对参数作适当的调整，以期获得最佳分离效果。其典型色谱图见图1：



图1 肟醚外标液相色谱图

2.3测定步骤

准确称取0.10g（精确至0.000 2 g）标准品于50mL容量瓶中，用纯甲醇溶解并定容，摇匀。移取5ml于50mL容量瓶中用50%甲醇溶解并定容，摇匀。

准确称取0.10g（精确至0.000 2 g）肟醚试样于50mL容量瓶中，用纯甲醇溶解并定容，摇匀。移取5ml于50mL容量瓶中用50%甲醇溶解并定容，摇匀。

2.4 测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，得出各针的肟醚的峰面积。待相邻两针的峰面积相对变化小于1.0％，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

2.5 计算

将测得的两针试样溶液以及试样前后两针标样溶液中肟醚的峰面积分别进行平均，肟醚质量百分含量X2,按式计算：

X2%=

式中：A1—标样中肟醚峰面积的平均值；

A2—试样中肟醚峰面积的平均值；

m1—标样质量，g；

m2—试样质量，g；

P—标样中肟醚的质量百分含量，％。

2.6允许差

两次平行测定结果，相对误差应不大于0.5％，取其平均值作为报结果。

3 DMF含量的测定（液相外标法）

3.1方法提要

试样用甲醇溶解，以 0.1%磷酸水溶液和甲醇为流动相，使用以 shim-pack GIST 4.6×150mm×5μm 为填充物的不锈钢柱和岛津紫外检测器检测，在波220 nm 下对试样中的 DMF 进行高效液相色谱分离，以外标法定量。

3.2试剂和溶液

甲醇：色谱纯。

水：超纯水。

磷酸水溶液：0.1％。

磷酸水溶液：移取 1mL 磷酸溶液溶解于 1000mL 超纯水中。

DMF标样：已知质量分数，ω≥99%。

3.3 仪器

高效液相色谱仪：配有可调波长的紫外检测器。

色谱柱：shim-pack GIST 液相色谱柱，长 150 mm，内径 4.6 mm，5 µm。

3.4 高效液相色谱操作条件

柱温：40 ℃。

流速：1.0 mL/min；

流动相：0.1%磷酸水溶液+甲醇=90+10(V:V)，经滤膜过滤，并进行脱气。

进样体积：10μL。

检测波长：220 nm。

保留时间：DMF 约5.372 min。

上述操作条件是典型参数，可根据不同仪器和色谱柱作适当调整，以获最佳结果。典型色谱图如下图2所示。



图2 DMF液相外标色谱图

3.5 样品的制备

3.5.1 标样溶液的配制

称取0.05 g（精确至0.000 1 g）DMF标样于50 mL容量瓶中，以流动相稀释定容至刻度、摇匀。

3.5.2 试样溶液的配制

称取 3.0 g（精确至 0.000 1 g）DMF样品于 50 mL 容量瓶中，以流动相稀释定容至刻度、摇匀。

3.6测定步骤

在色谱操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，待相邻两针的峰面积相对差小于 1%，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

3.7 结果计算

DMF 的质量百分含量 X （%）按下式计算:

X%=

式中：

A2－试样溶液中 DMF 的峰面积；

M1－DMF 标样的质量，g；

P －DMF 标样的质量分数，%；

A1－标样溶液中前后两针 DMF 峰面积的平均值；

M2－试样的质量，g。

4 pH值的测定

准确称取1.0g试样于100ml烧杯中，加入99.0g纯水，静置1min，测其PH值。

5 水分的测定

|  |  |
| --- | --- |
| 物料名称 | 称样量，g |
| 肟醚 | 0.5~0.8 |

按GB/T1600中的卡尔.费休法进行。