## 残留溶剂

1. 仪器：

电子天平 型号：ID282 编号：ID283

气相色谱仪 型号：ID284 编号：ID285

色谱柱：ID286（Agilent DB-624，30m×0.53mm，3μm） 编号：ID287

1. 试剂及试液

甲醇 批号：ID288 来源：ID289

乙腈 批号：ID290 来源：ID291

二氯甲烷 批号：ID292 来源：ID293

正己烷 批号：ID294 来源：ID295

乙酸乙酯 批号：ID296 来源：ID297

吡啶 批号：ID298 来源：ID299

甲苯 批号：ID300 来源：ID301

N,N-二甲基甲酰胺 批号：ID302 来源：ID303

二甲亚砜 批号：ID304 来源：ID305

1. 色谱条件：

升温程序：起始温度为50℃，维持21分钟，以每分钟40℃的速率升温至100℃，维持5分钟，再以每分钟80℃的速率升温至180℃，维持3分钟。

进样口温度：160℃

检测器温度：260℃

顶空平衡温度：90℃

顶空平衡时间：30min

定量环温度：100℃；传输线温度：110℃

载气：氮气

进样体积：1μl 稀释剂：二甲亚砜

溶液配制：

供试品溶液制备：分别取本品1#ID306、2#ID307（50mg），精密称定，置20ml顶空瓶中，加稀释剂1ml使溶解，密封，即得浓度约为50mg/ml的供试品溶液。

对照品溶液制备：精密称取甲醇ID308（1500mg）、乙腈ID309（205mg）、二氯甲烷ID310（300mg）、

批号：ID311

正己烷ID312（500mg）、乙酸乙酯ID313（2500mg）、吡啶ID314（100mg）、甲苯ID315（445mg）、N,N-二甲基甲酰胺ID316（440mg），置同一100ml量瓶中，用稀释剂稀释至刻度，摇匀，精密量取ID317（1ml），置100ml容量瓶中，用稀释剂稀释至刻度，摇匀制成每1ml中约含甲醇、乙腈、二氯甲烷、正己烷、乙酸乙酯、吡啶、甲苯、N,N-二甲基甲酰胺分别为150μg、20.5μg、30μg、50μg、250μg、10μg、44.5μg、44μg的混合溶液，精密量取1ml，置20ml顶空瓶中，密封，作为对照品溶液。

1. 样品测定：取空气、稀释剂（空白）、对照品溶液、供试品溶液分别进样，记录色谱图。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 样品 | 进样针数 | 合格标准 |
| 1 | 空气 | 1 | N/A |
| 2 | 空白（稀释液） | 1 | 空白应对样品无干扰。否则应重新进空白，至多进3针空白。 |
| 3 | 对照品溶液 | 5 | 5针对照品溶液中各组分峰面积的RSD≤10.0% |
| 4 | 供试品1 | 1 | N/A |
| 5 | 供试品2 | 1 | N/A |
| 6 | 对照品溶液 | 1 | 6针对照品溶液中各组分峰面积的RSD≤10.0% |

1. 计算公式：

计算公式：

式中：A供杂：供试液中杂质的峰面积； A对：对照品溶液的峰面积；

C对：对照品溶液的浓度，μg/ml； C供：供试品溶液的浓度，mg/ml。

1. 结果：

对照品峰面积表如下：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 甲醇对照品称量mg | 甲醇对照品稀释倍数 | 色谱图号 | AS |
| 1 | ID615 | ID616 | ID617 | ID618 |
| 2 | ID619 | ID620 |
| 3 | ID621 | ID622 |
| 4 | ID623 | ID624 |
| 5 | ID625 | ID626 |
| 6 | ID627 | ID628 |
| AS1-5平均 = ID629 AS 1-5 RSD = ID630  AS1-6平均 = ID631 AS 1-6 RSD = ID632 （ 应≤10.0%） | | | | |

批号：ID318

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 乙腈对照品称量mg | 乙腈对照品稀释倍数 | 色谱图号 | AS |
| 1 | ID633 | ID634 | ID635 | ID636 |
| 2 | ID637 | ID638 |
| 3 | ID639 | ID640 |
| 4 | ID641 | ID642 |
| 5 | ID643 | ID644 |
| 6 | ID645 | ID646 |
| AS1-5平均 = ID647 AS 1-5 RSD= ID648  AS1-6平均 = ID649 AS 1-6 RSD = ID650 （ 应≤10.0%） | | | | |

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 二氯甲烷对照品称量mg | 二氯甲烷对照品稀释倍数 | 色谱图号 | AS |
| 1 | ID651 | ID652 | ID653 | ID654 |
| 2 | ID655 | ID656 |
| 3 | ID657 | ID658 |
| 4 | ID659 | ID660 |
| 5 | ID661 | ID662 |
| 6 | ID663 | ID664 |
| AS1-5平均 =ID665 AS 1-5 RSD= ID666  AS1-6平均 =ID667 AS 1-6 RSD =ID668 （ 应≤10.0%） | | | | |

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 正己烷对照品称量mg | 正己烷对照品稀释倍数 | 色谱图号 | AS |
| 1 | ID669 | ID670 | ID671 | ID672 |
| 2 | ID673 | ID674 |
| 3 | ID675 | ID676 |
| 4 | ID677 | ID678 |
| 5 | ID679 | ID680 |
| 6 | ID681 | ID682 |
| AS1-5平均 = ID683 AS 1-5 RSD= ID684  AS1-6平均 =ID685 AS 1-6 RSD = ID686 （ 应≤10.0%） | | | | |

批号：ID319

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 乙酸乙酯对照品称量mg | 乙酸乙酯对照品稀释倍数 | 色谱图号 | AS |
| 1 | ID687 | ID688 | ID689 | ID690 |
| 2 | ID691 | ID692 |
| 3 | ID693 | ID694 |
| 4 | ID695 | ID696 |
| 5 | ID697 | ID698 |
| 6 | ID699 | ID700 |
| AS1-5平均 = ID701 AS 1-5 RSD= ID702  AS1-6平均 = ID703 AS 1-6 RSD = ID704 （ 应≤10.0%） | | | | |

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 吡啶对照品称量mg | 吡啶对照品稀释倍数 | 色谱图号 | AS |
| 1 | ID705 | ID706 | ID707 | ID708 |
| 2 | ID709 | ID710 |
| 3 | ID711 | ID712 |
| 4 | ID713 | ID714 |
| 5 | ID715 | ID716 |
| 6 | ID717 | ID718 |
| AS1-5平均 = ID719 AS 1-5 RSD= ID720  AS1-6平均 = ID721 AS 1-6 RSD = ID722 （ 应≤10.0%） | | | | |

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 甲苯对照品称量mg | 甲苯对照品稀释倍数 | 色谱图号 | AS |
| 1 | ID723 | ID724 | ID725 | ID726 |
| 2 | ID727 | ID728 |
| 3 | ID729 | ID730 |
| 4 | ID731 | ID732 |
| 5 | ID733 | ID734 |
| 6 | ID735 | ID736 |
| AS1-5平均 = ID737 AS 1-5 RSD= ID738  AS1-6平均 = ID739 AS 1-6 RSD = ID740 （ 应≤10.0%） | | | | |

批号：ID320

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | N,N-二甲基甲酰胺对照品称量mg | N,N-二甲基甲酰胺对照品稀释倍数 | 色谱图号 | AS |
| 1 | ID741 | ID742 | ID743 | ID744 |
| 2 | ID745 | ID746 |
| 3 | ID747 | ID748 |
| 4 | ID749 | ID750 |
| 5 | ID751 | ID752 |
| 6 | ID753 | ID754 |
| AS1-5平均 = ID755 AS 1-5 RSD= ID756  AS1-6平均 = ID757 AS 1-6 RSD = ID758 （ 应≤10.0%） | | | | |

供试品杂质计算结果如下表：

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 色谱图号 | 稀释  倍数 | 杂质名称 | 峰面积 | 含量% | 平均含量 |
| 样品1 | ID759 | ID760 | 甲醇 | ID761 | ID762 | 甲醇 =ID763  乙腈 =ID764  二氯甲烷 =ID765  正己烷 =ID766  乙酸乙酯 =ID767  吡啶 =ID768  甲苯 =ID769  N,N-二甲基甲酰胺=ID770 |
| 乙腈 | ID771 | ID772 |
| 二氯甲烷 | ID773 | ID774 |
| 正己烷 | ID775 | ID776 |
| 乙酸乙酯 | ID777 | ID778 |
| 吡啶 | ID779 | ID780 |
| 甲苯 | ID781 | ID782 |
| N,N-二甲基甲酰胺 | ID783 | ID784 |

批号：ID321

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品2 | ID785 | ID786 | 甲醇 | ID787 | ID788 | ID789 |
| 乙腈 | ID790 | ID791 |
| 二氯甲烷 | ID792 | ID793 |
| 正己烷 | ID794 | ID795 |
| 乙酸乙酯 | ID796 | ID797 |
| 吡啶 | ID798 | ID799 |
| 甲苯 | ID800 | ID801 |
| N,N-二甲基甲酰胺 | ID802 | ID803 |

**标准规定：**按外标法以峰面积计算，甲醇应不得过0.3%，乙腈应不得过0.041%，二氯甲烷应不得过0.06%，正己烷应不得过0.1%，乙酸乙酯应不得过0.5%，吡啶应不得过0.02%，甲苯应不得过0.089%，N,N-二甲基甲酰胺应不得过0.088%。

|  |
| --- |
| 结论： □符合规定 □不符合规定 |

检验人/日期：ID322 复核人/日期：ID323

**度他雄胺检验记录**

检验编号ID324

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **检品名称** | **度他雄胺** | **规格** | ID804 | **取样日期** | ID805 |
| **批号** | ID806 | **检品数量** | ID807 | **检验日期** | ID808 |
| **检验项目** | **微生物限度** | | | **完成日期** | ID809 |
| **检验依据** | ID810 | | | | |

【**检查**】