

氰化物检查法（第四法）起草说明

一、修订目的

目前各国药典逐渐由传统化学检查法向现代仪器分析法转变，因此，0806 氰化物检查法新增：1.连续流动注射+直流安培法、2.连续流动注射+光度法、3.流动注射+光度法作为第四法。推荐使用第 1 法。

此外，为解决溴化氰对照品剧毒且不易购买的问题，增加用水中氰成分分析标准物质制备对照品溶液的方法；为解决疫苗中蛋白质等大分子物质对检测结果的干扰，增加对样品进行超滤的前处理方法。

二、修订思路

本草案在目前 0806 氰化物检查法的基础上进行修订，新增 1.连续流动注射+直流安培法、2.连续流动注射+光度法、3.流动注射+光度法作为第四法。主要分为三部分，包括原理、设备、试剂、仪器参数的设置；对照品溶液、供试品溶液的制备；系统适用性要求、测定法、结果计算，并在附注里提出了其他需要关注的问题。

三、主要内容

（一）原理、设备、试剂、仪器参数的设置

本部分内容调研市面上主流仪器结合具体实验结果汇总得出。通过不同厂家型号间的仪器试验对比结果，明确了方法的试剂配制方法，并详细列出了各仪器参数，提供指导性意见。

（二）对照品溶液、供试品溶液的制备

本部分分为对照品溶液的制备、供试品溶液的制备两部分内容。对照品选用国家标准物质：水中氰成分分析标准物质（标准物质编号：GBW(E)080115；

中国计量科学研究院)在对照品溶液中,参考色谱法增订了灵敏度溶液的制备方法。

(三) 系统适用性要求、测定法、结果计算

氰化物检查属于痕量分析,为更好的评价色谱系统检测痕量物质的能力,参考《中国药典》2020年版高效液相色谱法(通则0512)及离子色谱法(通则0513)中系统适用性要求,设置了灵敏度溶液来评价色谱系统的检测能力。此外,当采用光度法(即本草案所述第2小法及第3小法)进行测定时,参考《中国药典》2020年版紫外-可见分光光度法(通则0401)中相关要求,供试品溶液的吸光度读数应在0.3-0.7之间。因疫苗中氰化物残留量高低不一,本草案采用了标准曲线法。在结果计算公式中明确了氰化物浓度(ng/mL)与供试品中氰化物残留量(ng/mg)的换算关系。