

戊二醛残留测定

陈卿卿

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 使用戊二醛消毒剂消毒后样品, 用纯水提取, 2,4-二硝基苯腈衍生后, 注入高效液相色谱仪, 经反相色谱分离, 根据保留时间定性和与峰面积比较进行定量。

关键词: 高效液相色谱法;检测方法;戊二醛消毒剂

1 检测方法:

依据国家标准: 《中国药典 2015 年版四部 3204 戊二醛残留量测定法》

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 乙腈(CH_3CN): 色谱纯

2.1.2 2,4-二硝基苯腈: 分析纯

2.1.3 高氯酸(HClO_4): 优级纯

2.1.4 纯水: 娃哈哈纯净水

2.2 试剂配制

2.2.1 2,4-二硝基苯腈溶液: 称取 2,4-二硝基苯腈 2.4 g, 用 30%高氯酸溶液溶解并定容到 100 mL。

2.3 材料与仪器

2.3.1 高效液相色谱仪, 带紫外检测器

2.3.2 天平: 感量为 0.0001g

2.3.3 移液枪: 量程 1 mL、200 μL

2.3.4 10mL、100mL 容量瓶若干

3 标准系列溶液配置

3.1 母液(约 5000 $\mu\text{g/mL}$): 准确称取 50% (w/w) 戊二醛标准溶 0.1128 g (精确至 0.0001g), 置 10mL 容量瓶中, 加流动相溶解至刻度, 备用。

3.2 标准储备溶液(约 10 $\mu\text{g/mL}$): 准确移取母液 (3.1) 200 μL 置 100mL 容量瓶中, 加水溶解至刻度, 备用。

3.3 系列标准使用液: 分别准确移取标准储备液 (3.2) 0.02 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.8

mL、1.0 mL 置于试管中，各加水至 1.0 mL，精密移取乙腈 2.3mL 与 2,4-二硝基苯腈溶液 0.1 mL，立即混合均匀，用 0.45 μm 滤膜过滤，待进样。

4 样品前处理

4.1 试样制备

参考《中国药典 2015 年版四部 3204 戊二醛残留量测定法》

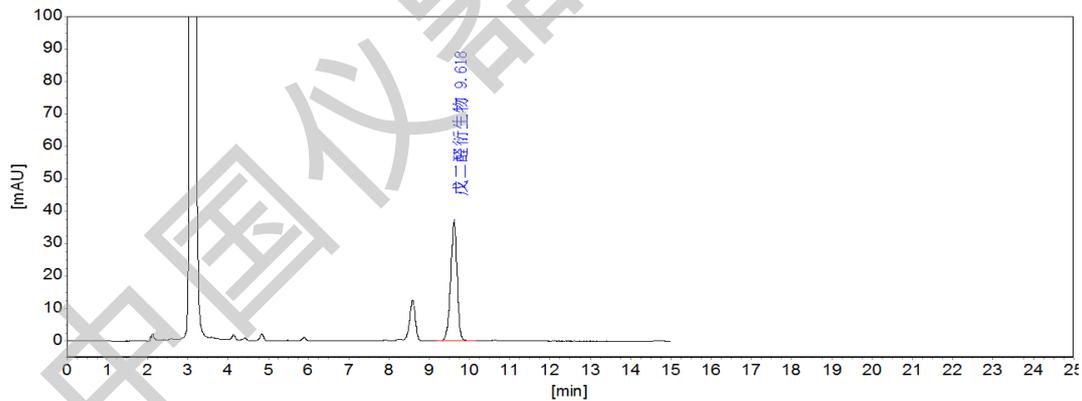
5 仪器条件

- a) 色谱柱:Sapphiresil C18，柱长 250mm，内径 4.6mm，粒径 5 μm
- b) 流动相：水：纯乙腈=30：70
- c) 流速: 1.2 mL/min
- d) 检测器: UV 360 nm
- e) 柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$
- f) 进样量: 10 μL

6 分析结果

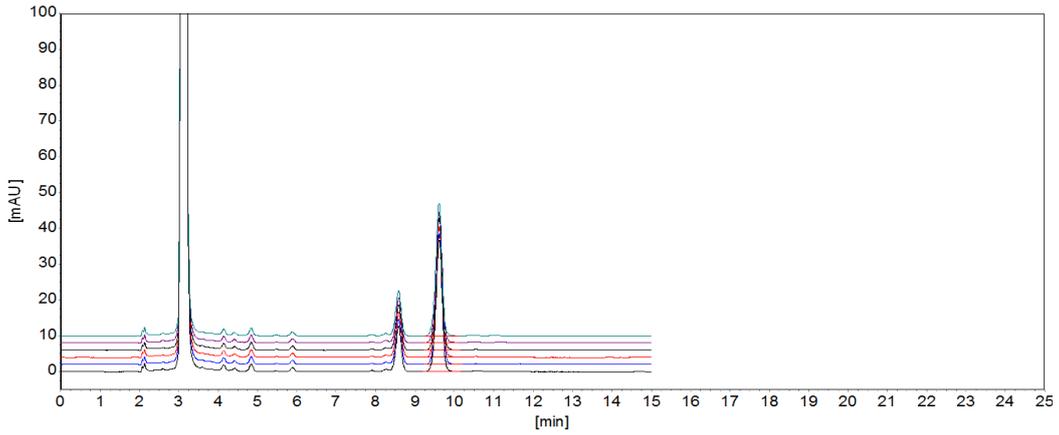
6.1 液相标样谱图及结果

a)标样谱图及结果 (0.8 $\mu\text{g/mL}$)



名称	t/min	峰面积/mAu*s	峰高/mAu	拖尾因子	理论塔板
戊二醛衍生物	9.618	413.1377	36.7701	0.914	71239

b)标样重复性谱图及结果 (0.8 $\mu\text{g/mL}$)

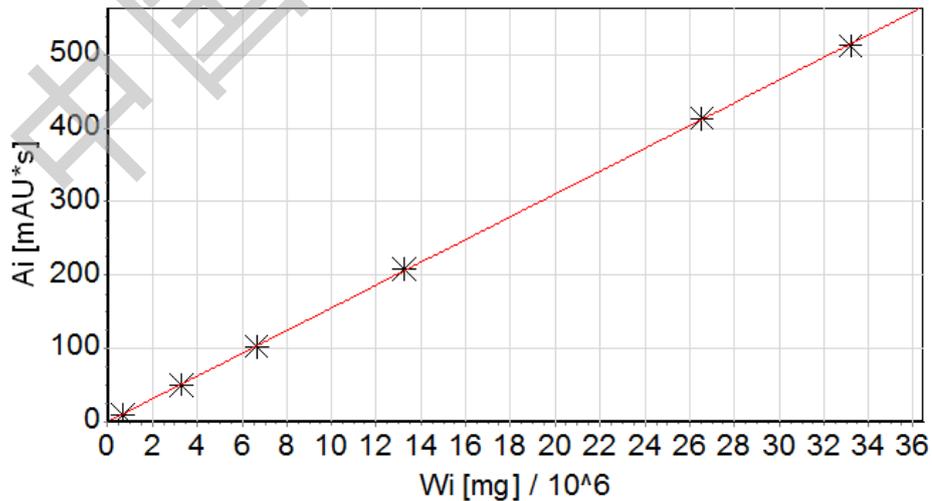


名称	序号	t/min	峰面积/mAu*s	峰高/mAu
戊二醛 衍生物	1	9.625	413.9564	36.5696
	2	9.625	415.1174	36.5708
	3	9.623	414.4800	36.9939
	4	9.624	413.4104	36.6092
	5	9.614	413.7862	36.9162
	6	9.618	413.1377	36.7701
平均值		9.621	413.9813	36.7383
RSD/%		0.048	0.175	0.504

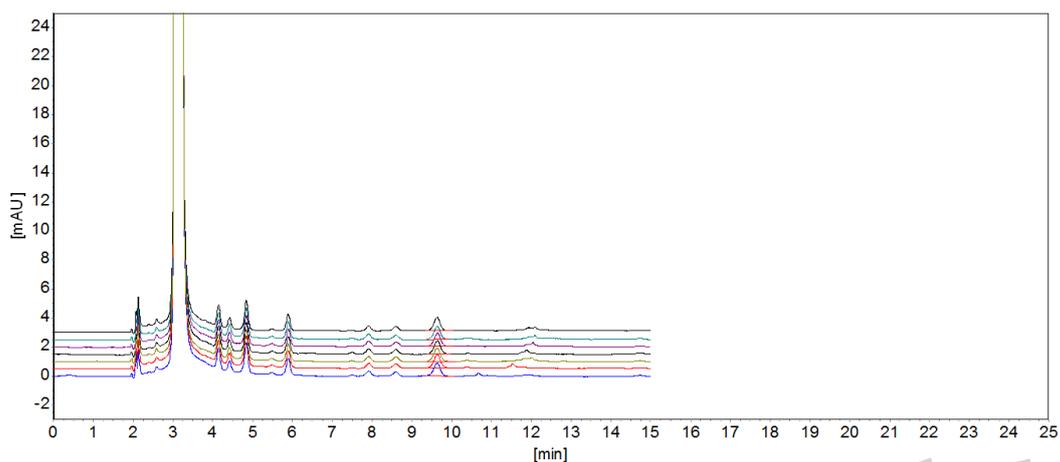
6.2 标准曲线

标准曲线绘制：分别进样戊二醛衍生物浓度为 0.0664 $\mu\text{g/mL}$ 、0.3318 $\mu\text{g/mL}$ 、0.6635 $\mu\text{g/mL}$ 、1.3271 $\mu\text{g/mL}$ 、2.6541 $\mu\text{g/mL}$ 、3.3176 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液各 10 μL ，进行 HPLC 分析，然后以峰面积为纵坐标，以含量为横坐标，绘制标准曲线。

1. 戊二醛衍生物: $W_i = -5.79094\text{E-}008 + 6.45662\text{E-}011 * A_i$, $r^2 = 0.99993$



6.3 最低检出限 (0.0664 $\mu\text{g/mL}$)

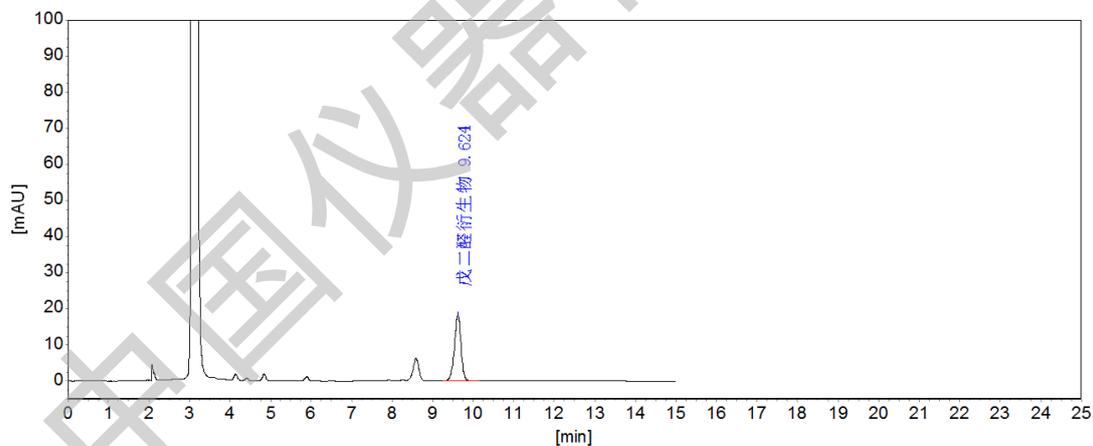


平行测定	1/ μg/mL	2/ μg/mL	3/ μg/mL	4/ μg/mL	5/ μg/mL	6/ μg/mL	7/ μg/mL	标准偏差/ μg/mL	检出限/ μg/mL
戊二醛 衍生物	0.0629	0.0615	0.0637	0.0633	0.0613	0.0621	0.0639	0.0010	0.0107

注：准确移取 1mL 样品提取液

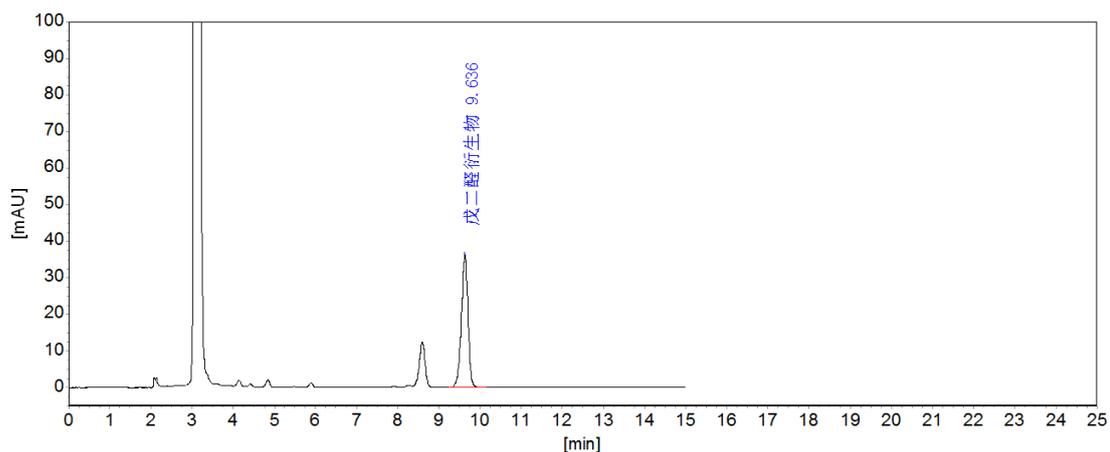
6.4 样品谱图及结果

a) 某样品戊二醛残留谱图及连续 2 针结果



名称	序号	t/min	峰面积/mAu*s	峰高/mAu	拖尾因子	含量 /μg/mL	平均含量 /μg/mL
戊二醛 衍生物	1	9.624	206.3488	18.2027	0.918	4.5102	4.5324
	2	9.625	208.3664	18.4379	0.918	4.5545	

b) 样品加标回收率谱图及结果



某样品中戊二醛残留量/ $\mu\text{g/mL}$	加标量/ $\mu\text{g/mL}$	测定值/ $\mu\text{g/mL}$	加标回收率/%	加标回收率范围/%
4.5324	4.512	8.9407	97.70	97.7-102.92
		8.9452	97.80	
		9.1345	102.00	
		9.1762	102.92	
		9.0751	100.68	
		9.0744	100.66	

6.5 实验结果

方法验证结论：各测试水平的检出限、测定下限、精密度、准确度结果汇总；

方法验证汇总表

化合物	检出限/ $\mu\text{g/mL}$	测定下限/ $\mu\text{g/mL}$	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)	标准曲线线性相关系数	样品残留量/ $\mu\text{g/mL}$	加标回收率/%
戊二醛	0.0107	0.0321	0.048	0.175	0.99993	4.5324	97.7-102.92

由以上实验结果可知，本方法标准曲线线性相关系数为 0.99993，完全可以达到药典不低于 0.99 的要求。