

消毒剂中戊二醛含量测定

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: 消毒剂中的戊二醛用流动相溶解后, 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; 消毒剂中的戊二醛

1 检测方法

消毒剂中的戊二醛用流动相溶解后, 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。

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 乙腈(CH_3CN): 色谱纯

2.1.2 磷酸(H_3PO_4): 优级纯

2.1.3 磷酸二氢钾(KH_2PO_4): 分析纯

2.2 试剂配制

磷酸二氢钾溶液(0.01mol/L): 称取 0.68g 磷酸二氢钾, 加水至 500mL , 溶解, 用磷酸调节 pH 至 2.5 , 经 $0.45\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤, 备用。

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 量筒: 量程 500mL

2.3.4 10mL 容量瓶若干

3 标准系列溶液配置

3.1 第一级戊二醛标准溶液[约 0.5% (w/v)]

准确称取 50% (w/w) 戊二醛标准溶 0.1105g (精确至 0.0001g), 置 10mL 容量瓶中, 加流动相溶解至刻度, 经 $0.45\mu\text{m}$ 微孔滤膜后, 待进样。

3.2 第二级戊二醛标准溶液[约 0.2% (w/v)]

精确移取第一级戊二醛标准溶液（4.1）4mL，置 10mL 容量瓶中，加流动相溶解至刻度，经 0.45 μ m 微孔滤膜后，待进样。

3.3 第三级戊二醛标准溶液[约 0.05%（w/v）]

精确移取第一级戊二醛标准溶液（4.1）1mL，置 10mL 容量瓶中，加流动相溶解至刻度，经 0.45 μ m 微孔滤膜后，待进样。

3.4 第四级戊二醛标准溶液[约 0.02%（w/v）]

精确移取第二级戊二醛标准溶液（4.2）1mL，置 10mL 容量瓶中，加流动相溶解至刻度，经 0.45 μ m 微孔滤膜后，待进样。

3.5 第五级戊二醛标准溶液[约 0.005%（w/v）]

精确移取第三级戊二醛标准溶液（4.3）1mL，置 10mL 容量瓶中，加流动相溶解至刻度，经 0.45 μ m 微孔滤膜后，待进样。

4 样品前处理

4.1 试样制备

准确移取戊二醛消毒剂样品 1mL 于 10mL 容量瓶中，用流动相定容，过 0.45 μ m 微孔滤膜后，待进样。

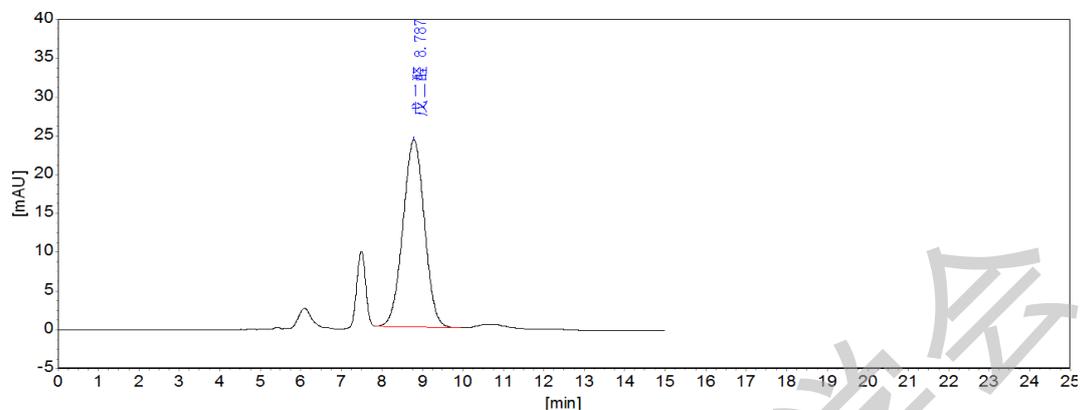
5 仪器条件

- a) 色谱柱:Sapphiresil C18，柱长 250mm，内径 4.6mm，粒径 5 μ m
- b) 流动相: 0.01 mol/L 磷酸二氢钾溶液（PH=2.5）：纯乙腈=60:40
- c) 流速: 0.5 mL/min
- d) 检测器: UV 235 nm
- e) 柱温: 40 $^{\circ}$ C
- f) 进样量: 20 μ L(满环进样)

6 分析结果

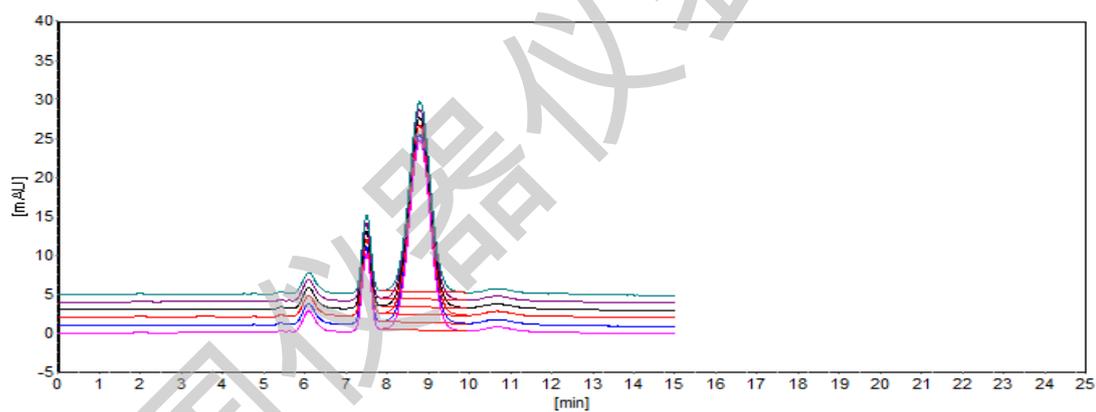
6.1 液相标样谱图及结果

a) 标样谱图及结果：0.2% (w/v)



名称	t/min	峰面积/mAu*s	峰高/mAu	拖尾因子
戊二醛	8.787	889.6632	24.1128	1.007

b) 标样重复性谱图及结果：0.2% (w/v)

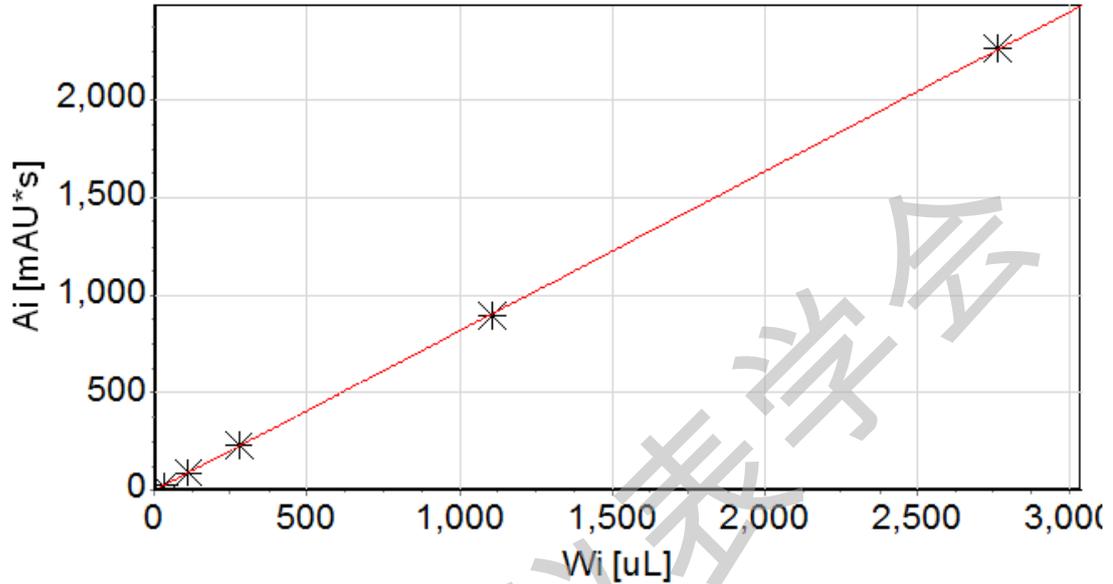


名称	序号	t/min	峰面积/mAu*s	峰高/mAu
戊二醛	1	8.787	889.6632	24.1128
	2	8.789	891.4677	24.225
	3	8.788	891.7196	24.2481
	4	8.788	892.3964	24.2218
	5	8.791	894.2943	24.3278
	6	8.792	893.8065	24.3241
平均值		8.789	892.2246	24.2433
RSD/%		0.022	0.189	0.328

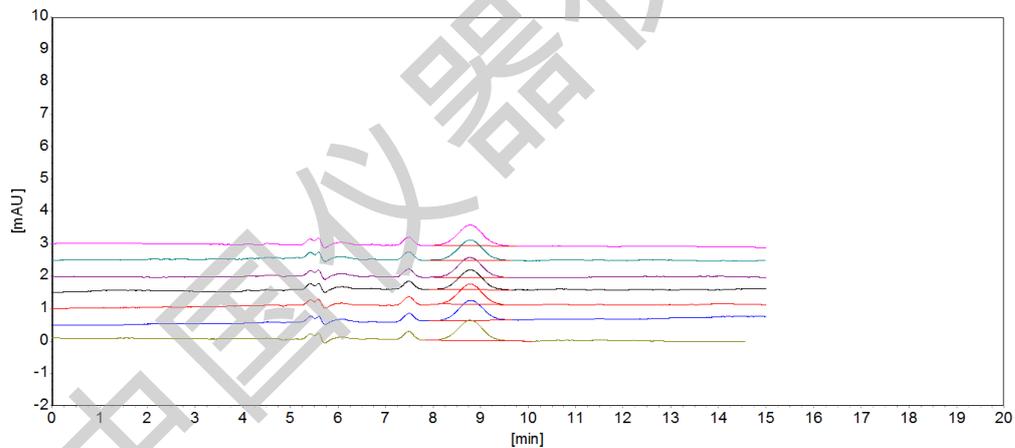
6.2 标准曲线

标准曲线绘制：分别进样戊二醛浓度为 0.005 % (w/v)、0.02 % (w/v)、0.05 % (w/v)、0.2% (w/v)、0.5% (w/v) 的标准溶液各 20 μ L，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: $W_i = 0.00122401 * A_i$, $r^2 = 0.99996$



最低检出限: 0.005 % (w/v)

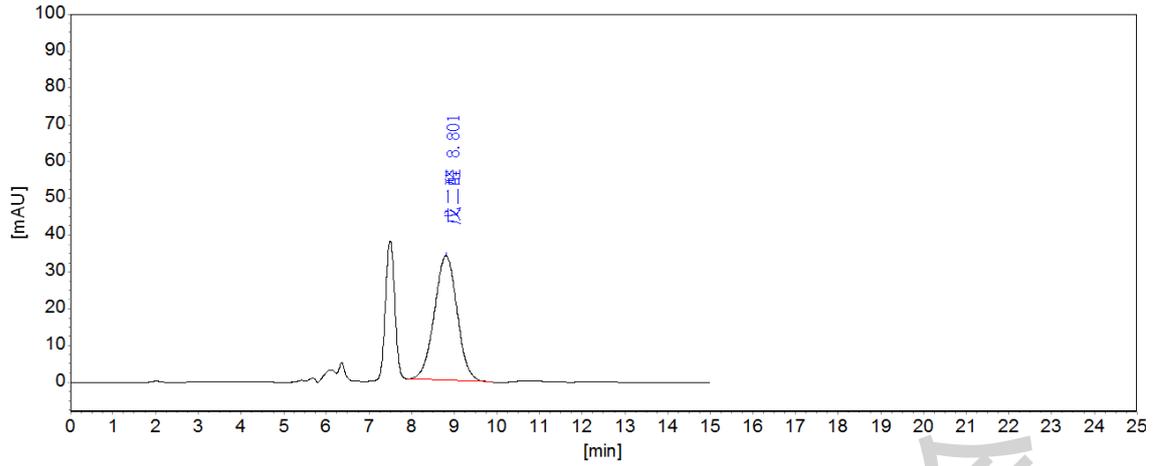


平行测定	1/ μ g/mL	2/ μ g/mL	3/ μ g/mL	4/ μ g/mL	5/ μ g/mL	6/ μ g/mL	7/ μ g/mL	标准偏差/ μ g/mL	检出限/ % (w/v)
戊二醛	56.8003	55.3164	54.3882	55.1985	57.2617	58.2520	57.9121	1.4871	0.004

注：取样量 1mL，定容体积 10mL。

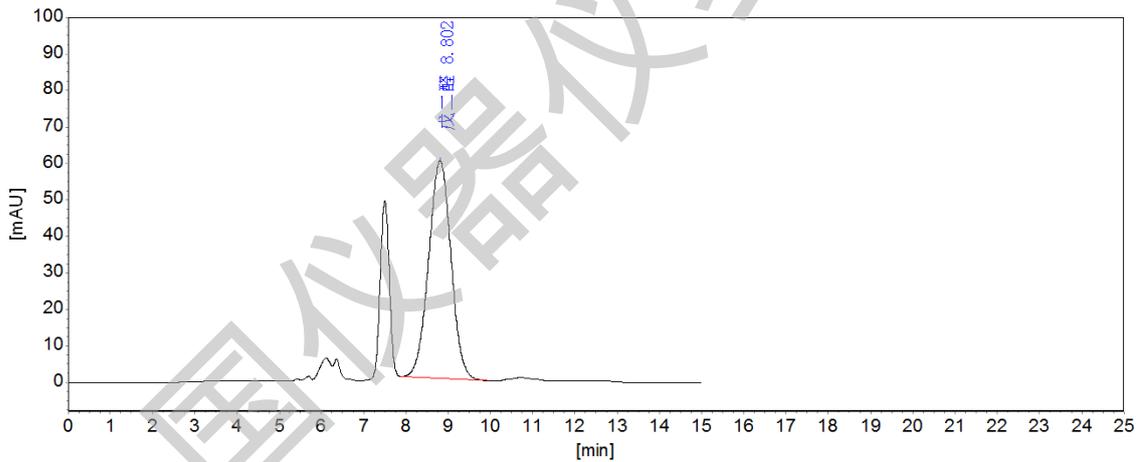
6.3 样品谱图及结果

a) 某戊二醛消毒剂谱图及连续 2 针结果



名称	序号	t/min	峰面积/mAu*s	峰高/mAu	拖尾因子	含量 /% (w/v)	平均含量 /% (w/v)
戊二醛	1	8.801	1253.0601	33.8423	1.006	0.3068	0.3070
	2	8.799	1255.1981	33.8391	1.006	0.3073	

b) 样品加标回收率谱图及结果



消毒剂中戊二醛含量/% (w/v)	加标量 /% (w/v)	测定值 /% (w/v)	加标回收率/%	平均加标回收率
0.3070	0.2210	0.5391	105.02	105.11
		0.5395	105.20	

6.4 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：

化合物	检出限 /%(w/v)	测定下限 /%(w/v)	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)	标准曲线线 性相关系数	样品含量/ % (w/v)	加标回收率 /%
戊二醛	0.004	0.012	0.022	0.189	0.99996	0.3070	105.11
注：检出限按取样量 1mL，定容体积 10mL 计算。							

由以上实验结果可知，本方法重现性好，精密度低，加标回收率高，可满足消毒剂中戊二醛的含量测定。

中国仪器仪表教学网