

3203 甲醛残留量测定法

1 对照品溶液的制备 取已标定的甲醛溶液适量,配成每 1.0 ml 含甲醛 1.0 mg 的溶液,精密量取 5.0 ml 置 50 ml 量瓶中,加水至刻度,摇匀,即得。如果被测样品为油乳剂疫苗,则精密量取上述稀释溶液 5.0 ml 置 50 ml 量瓶中,加 20%吐温-80 乙醇溶液 10 ml,再加水至刻度,摇匀,即得。

2 供试品溶液的制备

2.1 油乳剂疫苗 用 5.0 ml 刻度吸管量取被检品 5.0 ml,置 50 ml 量瓶中,用 20%吐温-80 乙醇溶液 10 ml,分次洗涤吸管,洗液并入 50 ml 量瓶中,摇匀,加水稀释至刻度,强烈振摇,静置分层,下层液如果不澄清,滤过,弃去初滤液,取澄清续滤液,即得。

2.2 其他疫苗 用 5.0 ml 刻度吸管量取本品 5.0 ml,置 50 ml 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,溶液如果不澄清,滤过,弃去初滤液,取澄清续滤液,即得。

3 测定法 精密吸取对照品溶液、供试品溶液和水各 0.5 ml,分别加醋酸-醋酸铵缓冲液 10 ml,乙酰丙酮试液 10 ml,置 60℃恒温水浴 15 分钟,冷水冷却 5 分钟,放置 20 分钟后,按紫外-可见分光光度法(《中国兽药典》一部附录),以空气为参比,在 410 nm 的波长处测定吸光度,即得 $A_{\text{对照}}$ 、 $A_{\text{供试}}$ 、 $A_{\text{空白-1}}$;另精密吸取供试品溶液和水各 0.5 ml,加醋酸-醋酸铵缓冲液 20 ml,置 60℃恒温水浴 15 分钟,冷水冷却 5 分钟,放置 20 分钟后,以空气为参比,在 410 nm 的波长处测定吸光度,即得 $A_{\text{本底}}$ 、 $A_{\text{空白-2}}$,按下式计算即得。

$$\text{甲醛溶液(40\%)含量\% (g/ml)} = 0.0025 \times \frac{A_{\text{供试}} - A_{\text{本底}} - (A_{\text{空白-1}} - A_{\text{空白-2}})}{A_{\text{对照}} - A_{\text{空白-1}}} \times 100\%$$

附注:

1 醋酸-醋酸铵缓冲液(pH 6.25)的配制

醋酸液 取醋酸(AR) 12.9 ml,加水至 100 ml。

醋酸铵液 取醋酸铵(AR) 173.4 g,加水至 1000 ml,使溶解。

取醋酸液 40 ml,与醋酸铵液 1000 ml 混合,置冷暗处保存。

2 乙酰丙酮试液的配制

乙酰丙酮(AR) 7.0 ml,加乙醇 14 ml 混合,加水至 1000 ml。

3 甲醛溶液含量标定 取甲醛溶液约 1.5 ml,精密称定,置锥形瓶中,加水 10 ml,与溴麝香草酚蓝指示液 2 滴,滴加氢氧化钠滴定液(1.0 mol/L)至溶液呈蓝色,加过氧化氢试液 25 ml,再精密加入氢氧化钠滴定液(1.0 mol/L) 25 ml,瓶口置一玻璃小漏斗,在水浴上加热 15 分钟,不时振摇,冷却,用水洗涤漏斗,加溴麝香草酚蓝指示液 2 滴,用盐酸滴定液(1.0 mol/L)滴定至溶液显黄色,并将滴定结果用空白试验校正。每 1.0 ml 的氢氧化钠滴定液(1.0 mol/L)相当于 30.03 mg 的甲醛。