

3203 甲醛残留量测定法（标准草案）

1 对照品溶液的制备

取已标定的甲醛溶液适量，配成每 1.0ml 含甲醛 1.0mg 的溶液，精密量取 5.0ml 置 50ml 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的溶液 5.0ml 置 50ml 量瓶中，加 20%吐温-80 乙醇溶液 10ml，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 5.0ml 刻度吸管量取供试品 5.0ml，置 50ml 量瓶中，用 20%吐温-80 乙醇溶液 10ml，分次洗涤吸管，洗液并入 50ml 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 5.0ml 刻度吸管量取供试品 5.0ml，置 50ml 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 0.5ml，分别加醋酸-醋酸铵缓冲液 10ml，乙酰丙酮试液 10ml，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 410nm 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 0.5ml，分别加醋酸-醋酸铵缓冲液 20ml，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 410nm 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 值 6.25）的配制

醋酸液 取醋酸 12.9ml，加水至 100ml。

醋酸铵液 取醋酸铵 173.4g，加水至 1000ml，使溶解。

取醋酸液 40ml，与醋酸铵液 1000ml 混合，置冷暗处保存。

2 乙酰丙酮试液的配制 取乙酰丙酮 7.0ml，加乙醇 14ml 混合，加水至 1000ml。

3 甲醛溶液含量标定 取甲醛溶液约 1.5ml，精密称定，置锥形瓶中，加水 10ml，与溴麝香草酚蓝指示液 2 滴，滴加氢氧化钠滴定液（1.0mol/L）至溶液呈蓝色，加过氧化氢试液 25ml，再精密加入氢氧化钠滴定液（1.0mol/L）25ml，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（1.0mol/L）滴定至溶液显黄色，并将滴定结果用空白试验校正。每 1.0ml 的氢氧化钠滴定液（1.0mol/L）相当于 30.03mg 的甲醛。