

## 猪皮中戊二醛残留量的测定 分析报告

### 一、检测方法：

参考《中国药典 2020 版四部 3204 戊二醛残留量测定法》。

### 二、客户要求：

戊二醛残留量测定。

### 三、方法原理

试样使用乙醇提取，经 2,4-二硝基苯肼衍生后，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。

### 四、试剂和材料

#### 4.1 试剂

4.1.1 乙腈：色谱纯

4.1.2 水：纯净水

4.1.3 高氯酸：分析纯

4.1.4 2,4-二硝基苯肼：分析纯

4.1.5 无水乙醇：分析纯

4.1.6 30%高氯酸：移取 3ml 高氯酸到 10ml 容量瓶中，用水稀释并定容。

4.1.7 2,4-二硝基苯肼溶液：称取 2,4-二硝基苯肼 0.24g，用 30%高氯酸溶液溶解并定容到 10 mL。

#### 4.2 材料与仪器

4.2.1 液相色谱仪：LC5090 液相色谱仪（含 LC5090 在线脱气机+LC5090 二元高压输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+LC5090 双波长-紫外检测器）

### 五、溶液制备

#### 5.1 样品制备

a) 称取 1.0g 样品于 25ml 离心管中，加入 10ml 无水乙醇，以 1400r/min 振摇 10min，然后以 3000r/min 离心 10min，取上清液 1ml，精密移取乙腈 2.3ml 与 2,4-二硝基苯肼 0.1ml，立

即混合均匀, 过 0.45 $\mu$ m 滤膜, 待进样。

## 5.2 标准溶液的制备

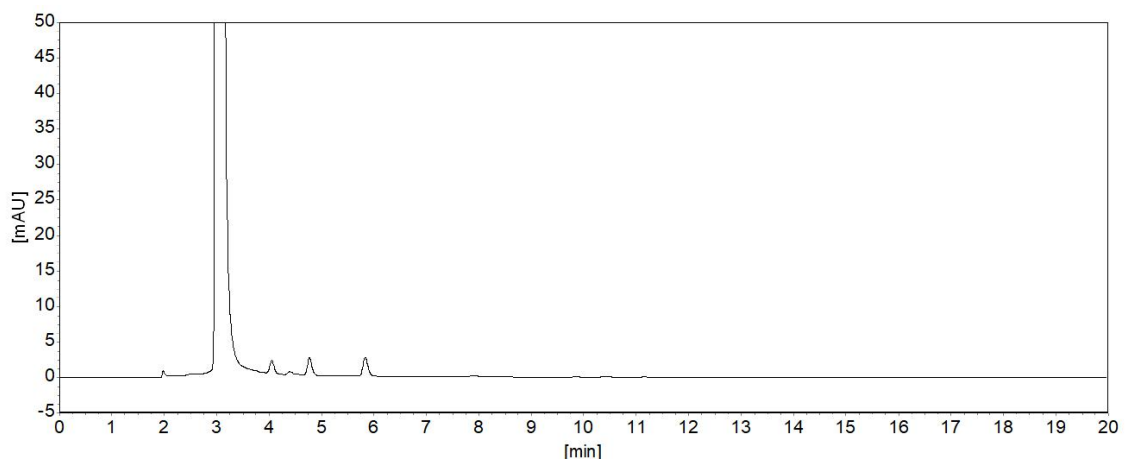
- a) 戊二醛标准储备溶液(10  $\mu$ g/mL): 准确移取母液 (100 $\mu$ g/mL) 500  $\mu$ L 置 5mL 容量瓶中, 加无水乙醇溶解至刻度, 备用。
- b) 系列标准使用液: 分别准确移取标准储备液 0.02 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.8 mL、1.0 mL 置于试管中, 各加水至 1.0 mL, 配制成浓度为 0.2  $\mu$ g/mL、1  $\mu$ g/mL、2  $\mu$ g/mL、4  $\mu$ g/mL、8  $\mu$ g/mL、10  $\mu$ g/mL 的系列标准使用液。再分别精密移取乙腈 2.3mL 与 2,4-二硝基苯腈溶液 0.1 mL, 立即混合均匀, 用 0.45  $\mu$ m 滤膜过滤, 待进样。

## 六、仪器条件

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

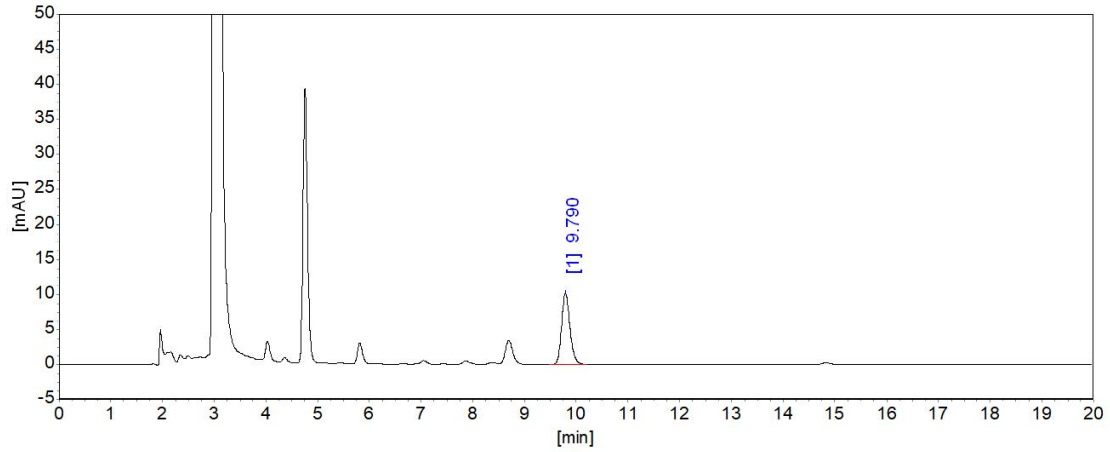
## 七、分析结果

### 7.1 戊二醛空白典型谱图及结果



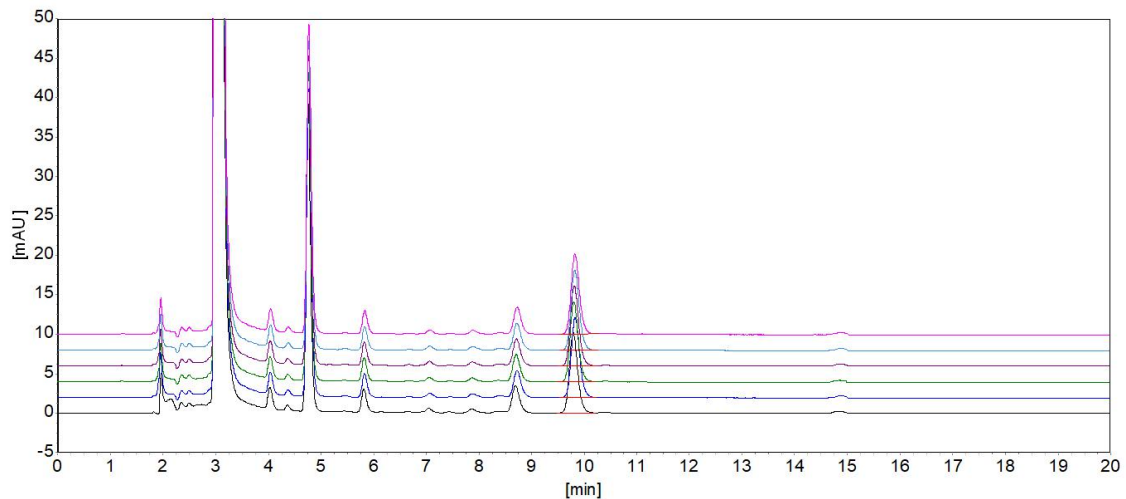
## 7.2 戊二醛标样分析结果

### 7.1.1 戊二醛标样 (4 $\mu$ g/mL) 典型谱图及结果



名称	t/min	峰面积/uAU*s	峰高/uAU	拖尾因子	理论塔板
戊二醛	9.790	113484.1	10166.7	1.185	18484

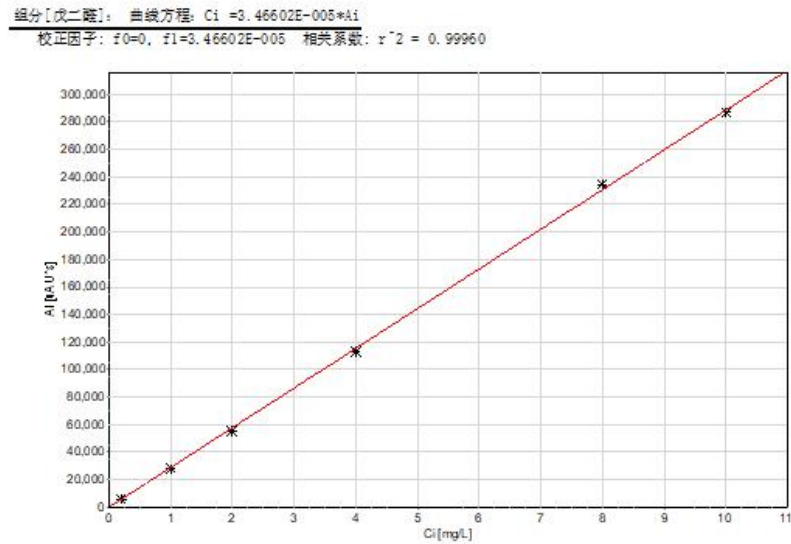
### 7.1.2 戊二醛标样 (4 $\mu$ g/mL) 6 针重复性谱图及结果



峰序	组分名	平均时间 [min]	时间 RSD%	平均面积 [mAU*s]	面积 RSD%	平均峰高 [mAU]	峰高 RSD%
1	戊二醛	9.812	0.141	113308.0	0.124	10134.6	0.184

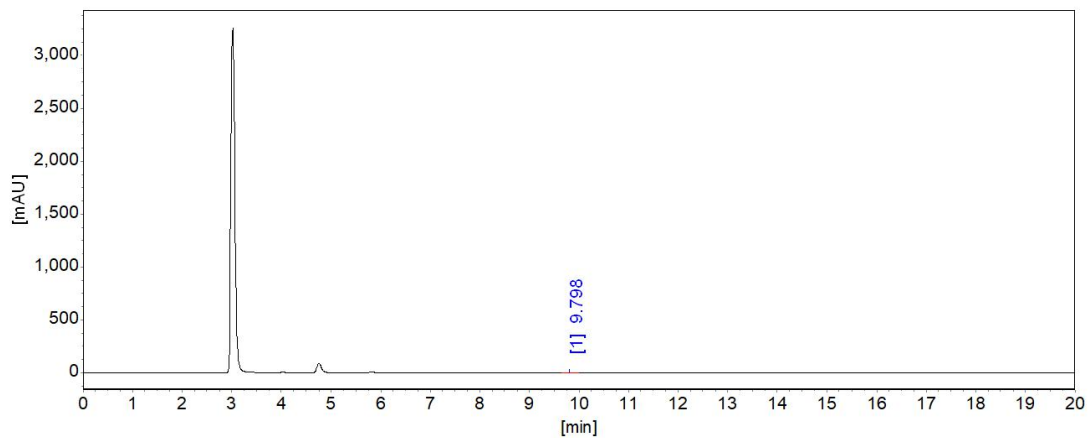
### 7.3 标准曲线及相关系数

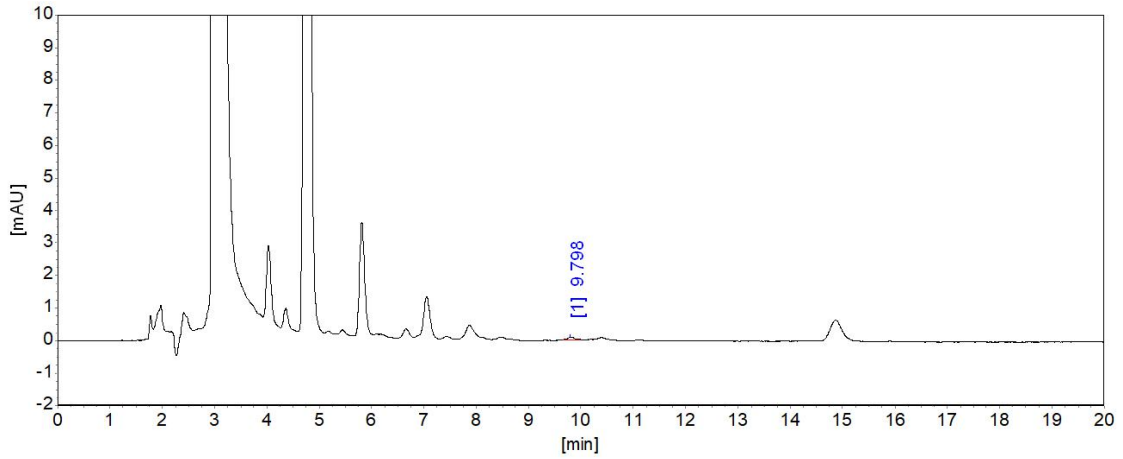
将系列标准使用液分别进样 10  $\mu\text{L}$ , 进行 HPLC 分析。然后以峰面积为纵坐标, 以含量为横坐标, 绘制标准曲线。



### 7.4 样品分析结果

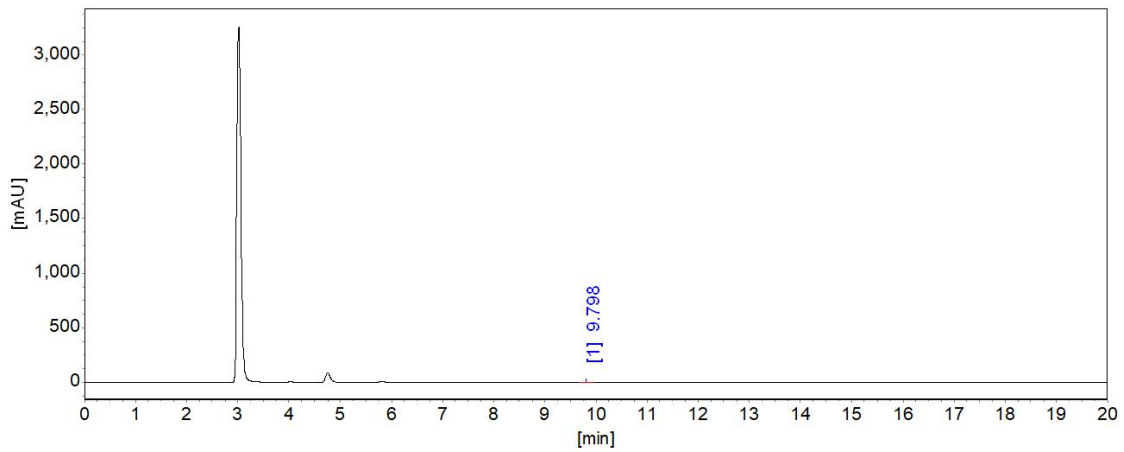
#### 7.4.1 样品 1 典型谱图及结果

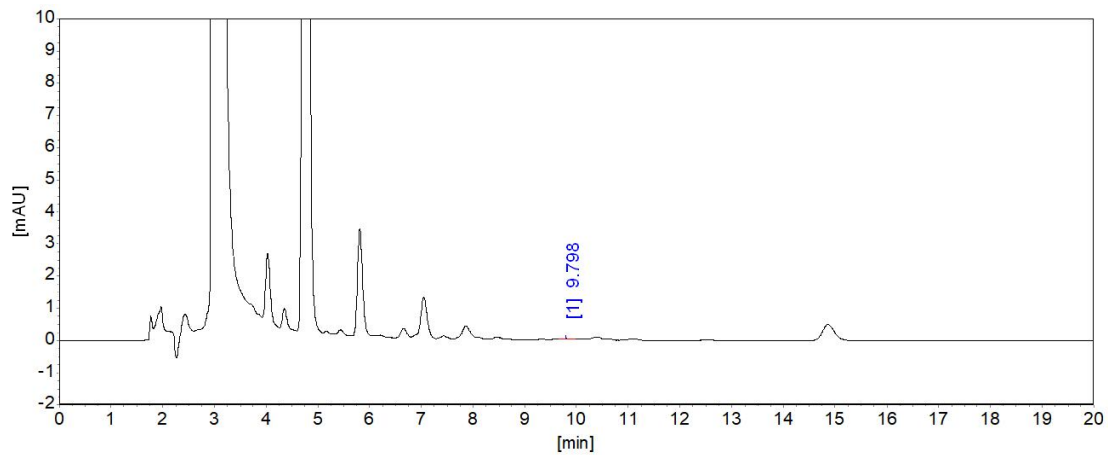




样品名称	组分名	保留时间 [min]	峰面积[uAU*s]	峰高[uAU]	理论塔板数	拖尾因子	含量 [mg/kg]
样品 1-1	戊二醛	9.798	753.3	75.8	22913	1.332	0.2454
样品 1-2	戊二醛	9.794	769.3	77.7	21502	1.252	0.2633

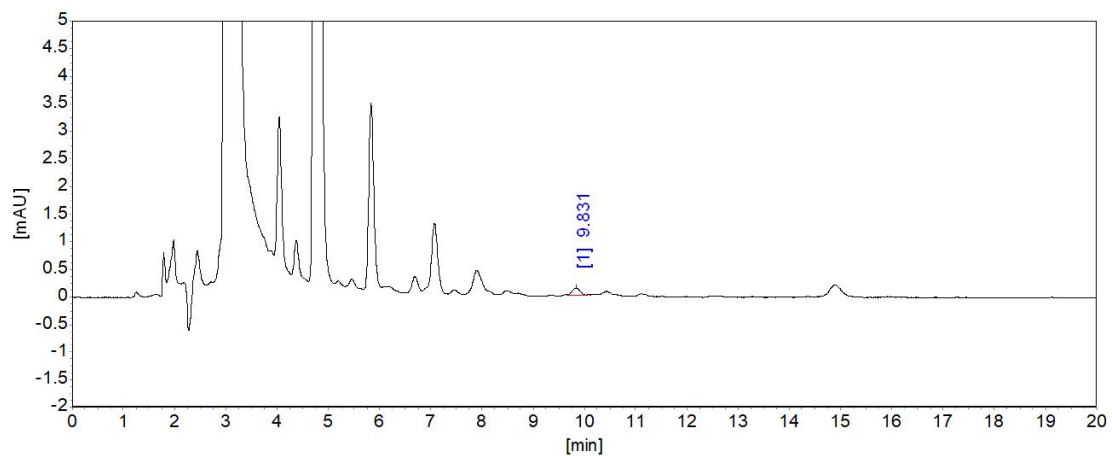
#### 7.4.2 样品 2 典型谱图及结果





样品名称	组分名	保留时间 [min]	峰面积[uAU*s]	峰高[uAU]	理论塔板数	拖尾因子	含量 [mg/kg]
样品 2-1	戊二醛	9.798	265.0	30.9	29735	1.173	0.0889
样品 2-2	戊二醛	9.791	288.6	32.7	29709	1.316	0.0917

### 7.5 样品加标回收率谱图及结果



样品 1 中戊二醛残留量 [mg/Kg]	加标量 [μg]	加标称样量 [g]	测定值 [mg/Kg]	加标回收率/%	加标回收率范围/%
0.2682	0.2	1.0608	0.4485	98.6%	95.1-99.99%
		1.0356	0.4518	95.1%	
		1.0596	0.4567	99.9%	

以上数据仅供参考, 如有问题请电话联系。

地址: 浙江温岭经济开发区百丈南路 95 号

分析员: 陈卿卿、张兴

联系方式 15657600120

邮编: 317500

审核: 金迁

分析日期: 2021.12.30.