

季铵盐类消毒剂中氯化苄铵松宁的测定

黄燕

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江 温岭 317500)

摘要: 消毒剂经过滤后, 使用高效液相色谱法测定, 根据保留时间定性, 外标法定量。

关键词: 高效液相色谱法;检测方法;季铵盐类消毒剂

1 检测方法

依据国家标准: 季铵盐类消毒剂卫生标准 (GB/T 26369-2010)。

2 试剂和材料

2.1 试剂配制

2.1.1 乙腈 (CH_3CN): 色谱纯。

2.1.2 硫氰酸铵: 分析纯。

2.1.3 氯化苄铵松宁标准溶液 (1.0 mg/mL): 精确称取在 105°C 干燥 2h 的氯化苄铵松宁对照 500mg, 用纯水溶解, 再用水定容至 500mL, 得 1.0 mg/mL 标准溶液。

2.1.4 水: 娃哈哈纯净水。

2.2 标准系列配制

分别吸取 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 mL 氯化苄铵松宁标准溶液 (2.1.3) 加入到 10mL 容量瓶中, 用水定容至刻度, 混匀, 得到 50 mg/L、100 mg/L、200mg/L、500 mg/L 和 1000 mg/L 的标准系列溶液。

2.3 最低检出限溶液配制

吸取 0.1 mL 氯化苄铵松宁标准溶液 (2.1.3) 加入到 10mL 容量瓶中, 用水定容至刻度, 混匀, 得到 10 mg/L 的最低检出限溶液。

2.4 材料与仪器

2.4.1 高效液相色谱仪: 福立 LC5090 高效液相色谱仪, 配备 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。

2.4.2 色谱柱: Sunniest C18 柱, 4.60 mm * 150 mm, 粒径为 5.0 μm 。

2.4.3 分析天平: 感量为 0.0001g。

3 试样制备

消毒液经 0.45 μm 滤膜过滤后直接进样。

4 仪器条件

- (1) 色谱柱: Sunniest C18, 柱长 150mm, 内径 4.6mm, 粒径 5 μm
- (2) 流动相: 乙腈: 水: 硫氰酸铵=70mL: 30mL: 1.0g
- (3) 流速: 1.0 mL/min
- (4) 检测器: UV 270nm
- (5) 柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$
- (6) 进样量: 10 μL

5 分析结果

5.1 氯化苄铵松宁标准溶液典型谱图及结果

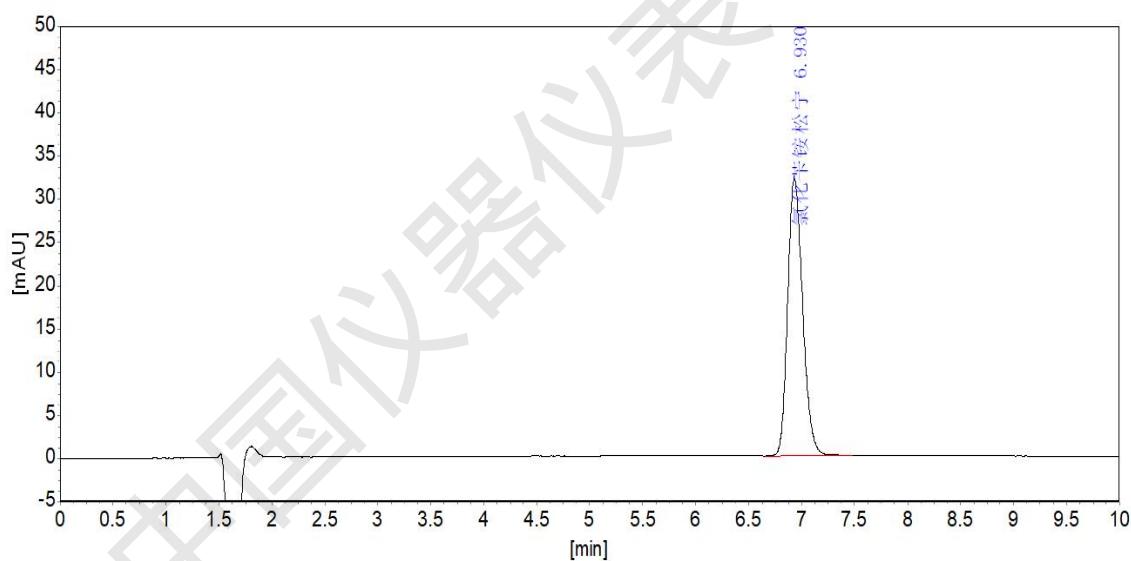


图1 200 mg/L 氯化苄铵松宁标准溶液典型谱图

表1 200 mg/L 氯化苄铵松宁标准溶液分析结果及系统评价

组分名	保留时间 [min]	峰面积[uAU*s]	峰高[uAU]	理论塔板	拖尾因子
氯化苄铵松宁	6.930	317302.8	32023.6	11398	1.225

5.2 氯化苄铵松宁标准溶液重复性谱图及结果

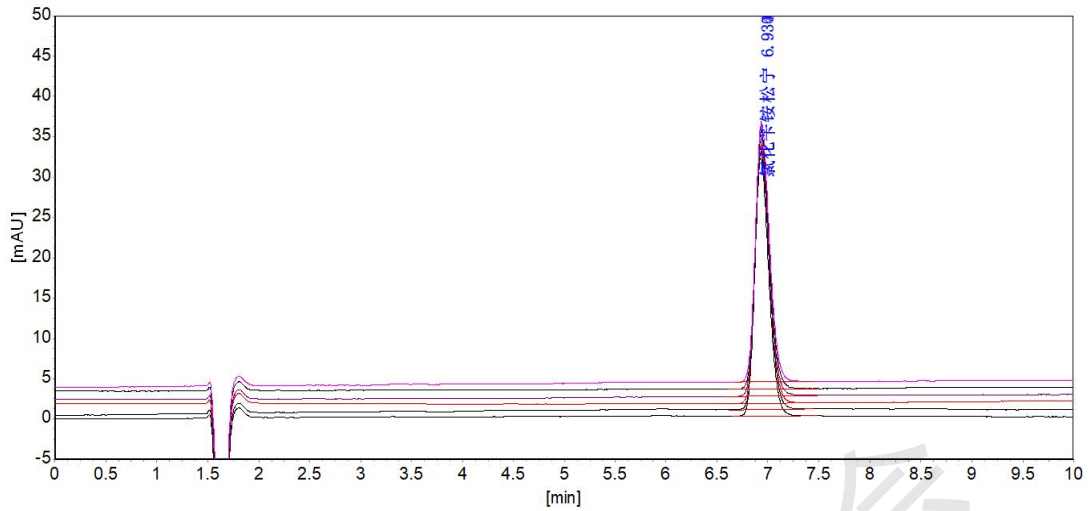


图 2 200 mg/L 氯化苄铵松宁标准溶液六针重复性谱图

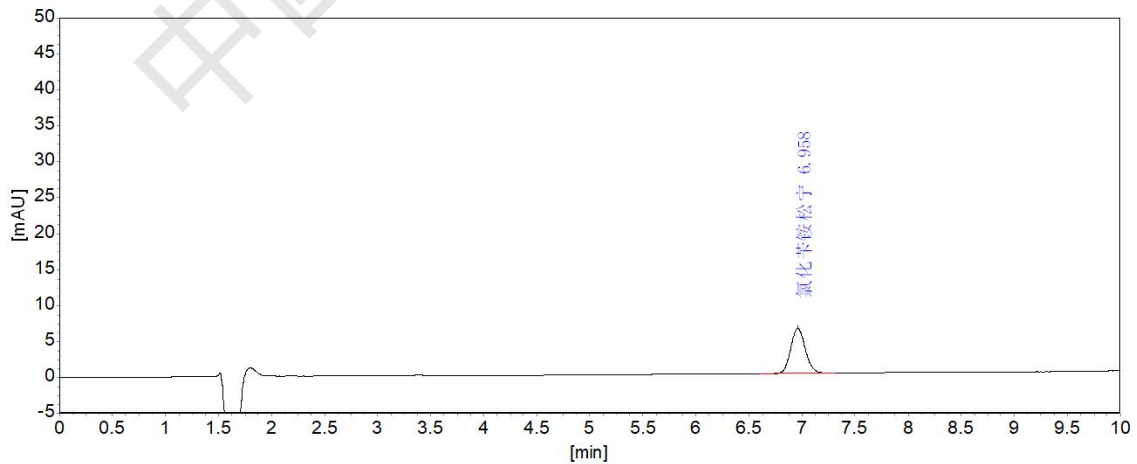
表 2 200 mg/L 氯化苄铵松宁标准溶液 RSD% 重复性结果

组分名	平均时间 [min]	时间 RSD%	平均面积 [uAU*s]	面积 RSD%	平均峰高 [uAU]	峰高 RSD%
氯化苄铵松宁	6.934	0.031	316660.8	0.148	31998.7	0.121

5.3 标准曲线的绘制

分别进样浓度为 50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、500 mg/L、1000 mg/L 的标准系列溶液各 10 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。

6.3.1 氯化苄铵松宁（50 mg/L）的典型谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]
1	氯化苄铵松宁	6.958	6280.5	60835.5
			6280.5	60835.5

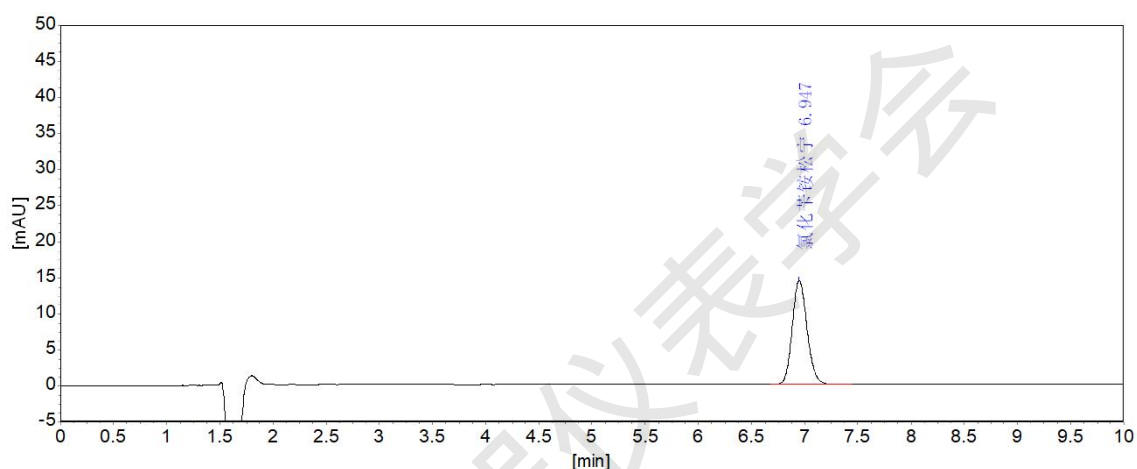
系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	分离度	拖尾 因子
1	氯化苄铵松宁	6.958	0.14964	0.0000	11979	0.000	1.116

5.3.2 氯化苄铵松宁 (100 mg/L) 的典型谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]
1	氯化苄铵松宁	6.947	14397.1	140229.7
			14397.1	140229.7

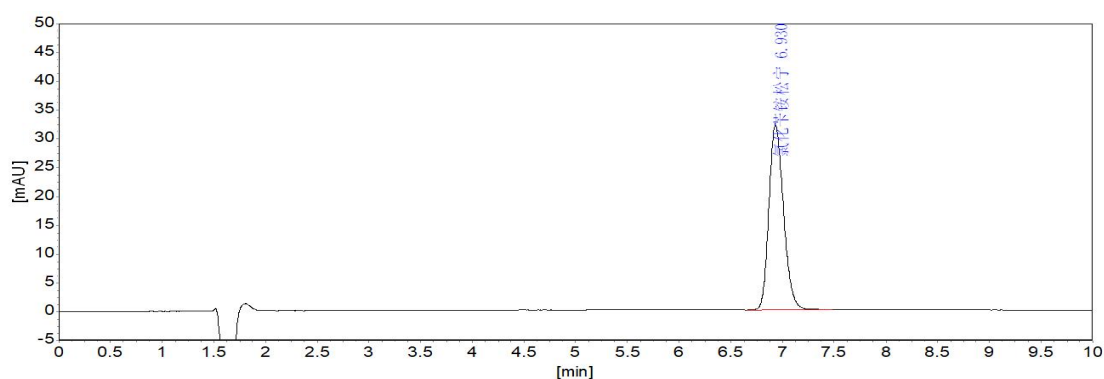
系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	分离度	拖尾 因子
1	氯化苄铵松宁	6.947	0.15031	0.0000	11834	0.000	1.148

5.3.3 氯化苄铵松宁 (200 mg/L) 的典型谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]
1	氯化苄铵松宁	6.930	32023.6	317302.8
			32023.6	317302.8

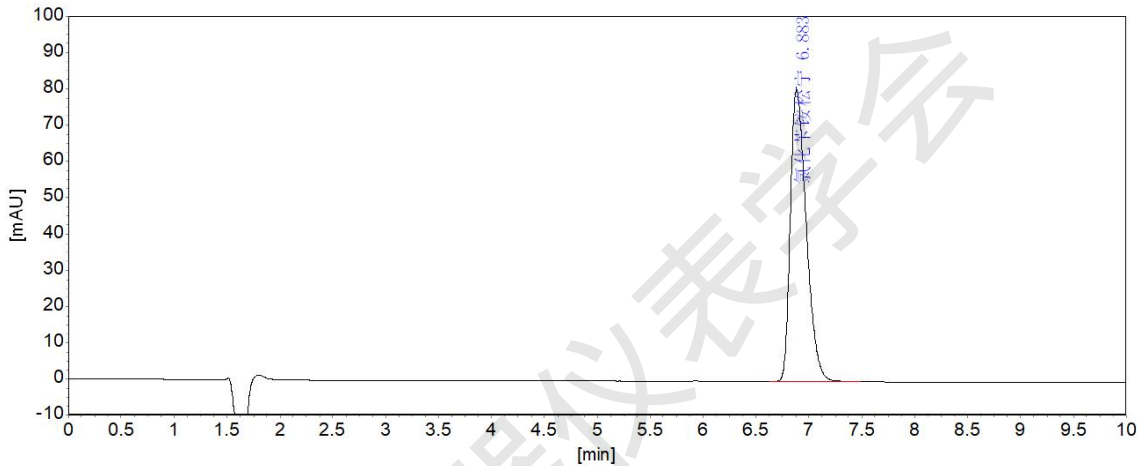
系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	分离度	拖尾 因子
1	氯化苄铵松宁	6.930	0.15279	0.0000	11398	0.000	1.225

5.3.4 氯化苄铵松宁 (500 mg/L) 的典型谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]
1	氯化苄铵松宁	6.883	80478.3	846426.8
			80478.3	846426.8

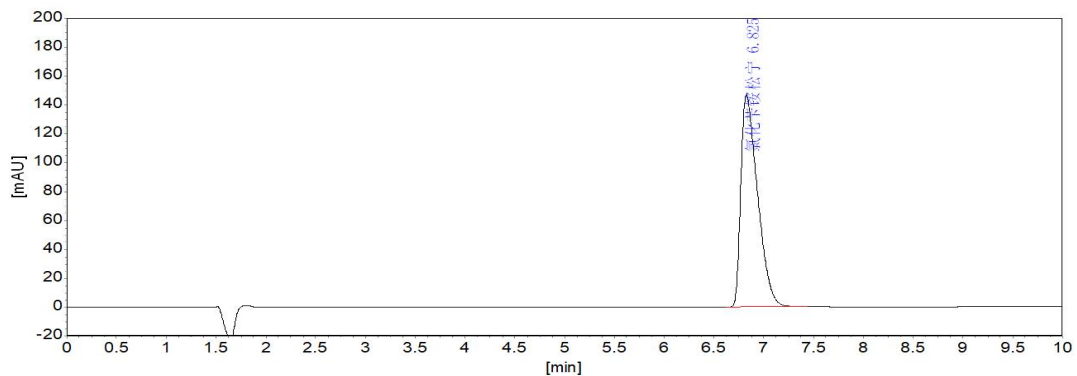
系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	分离度	拖尾 因子
1	氯化苄铵松宁	6.883	0.16270	0.0000	9913	0.000	1.450

5.3.5 氯化苄铵松宁 (1000 mg/L) 的典型谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]
1	氯化苄铵松宁	6.825	146615.7	1713933.9
			146615.7	1713933.9

系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	分离度	拖尾 因子
1	氯化苄铵松宁	6.825	0.18138	0.0000	7844	0.000	1.768

5.3.6 氯化苄铵松宁标准曲线方程及相关系数

组分[氯化苄铵松宁]: 曲线方程: $W_i = 0.000171901 + 5.7298E-009 * A_i$

校正因子: $f_0=0.000171901, f_1=5.7298E-009$ 相关系数: $r^2 = 0.99997$

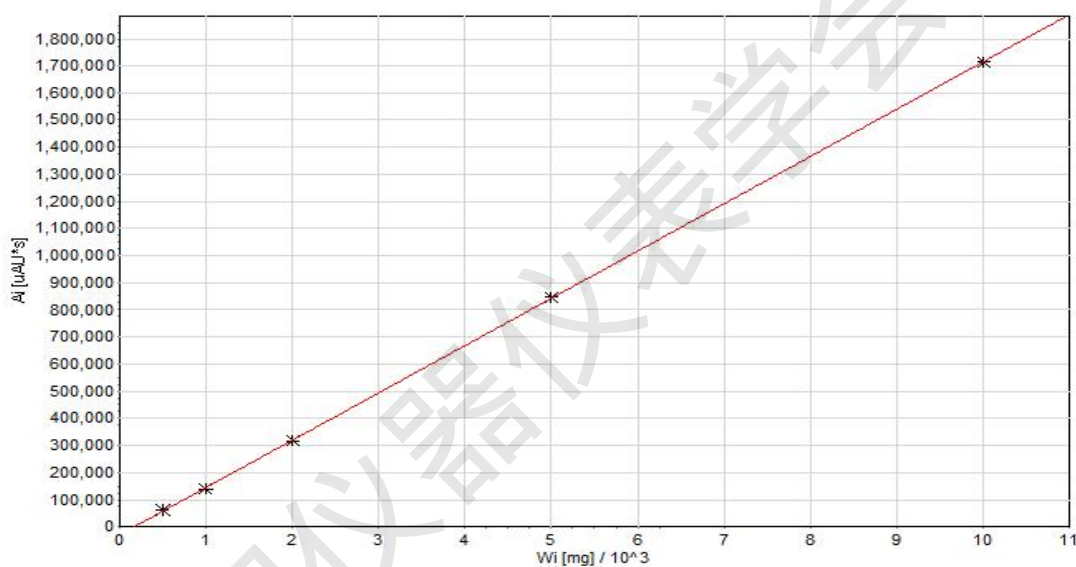


图3 氯化苄铵松宁的校正曲线

5.4 最低检出限

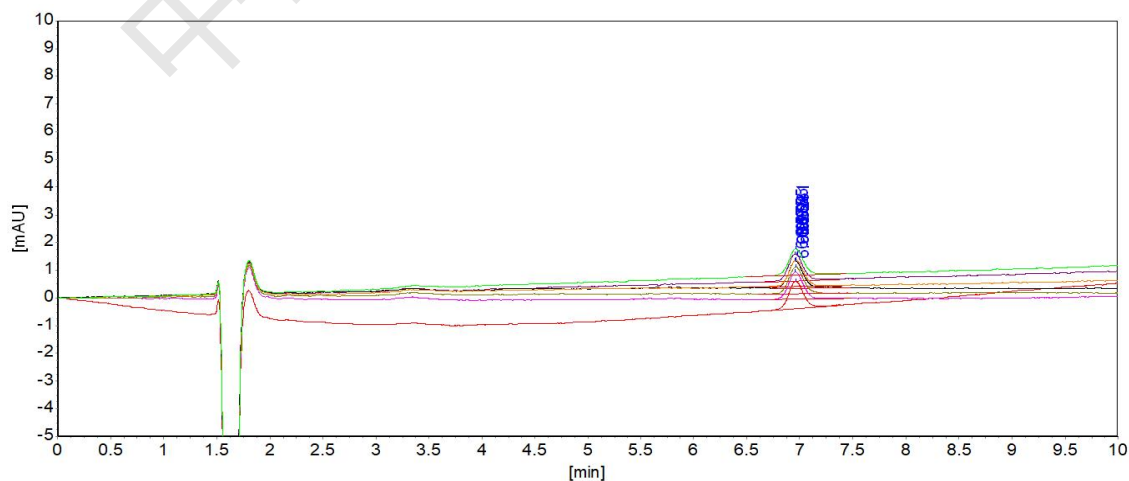


图4 10 mg/L 氯化苄铵松宁标准溶液七针重复性谱图

表 3 氯化苄铵松宁检出限结果

平行测定	1/ mg/L	2/ mg/L	3/ mg/L	4/ mg/L	5/ mg/L	6/ mg/L	7/ mg/L	标准偏差/ mg/L	检出限/ mg/L
氯化苄铵松宁	9.9253	9.6179	9.8297	9.8045	9.8700	9.6222	9.8951	0.1259	0.3958

5.5 样品谱图及结果

6.5.1 某季铵盐消毒液中氯化苄铵松宁的谱图

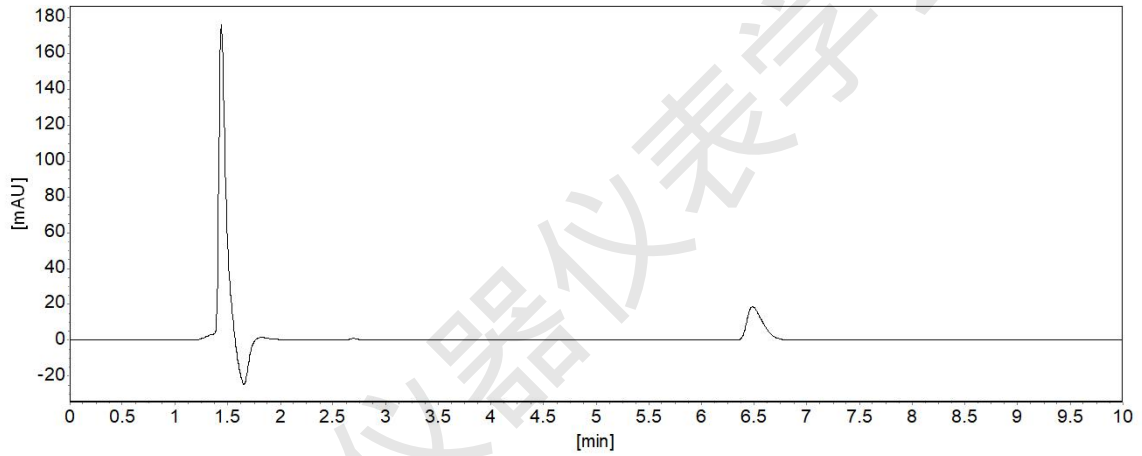


图 5 某季铵盐消毒液样品谱图

样品中未检出氯化苄铵松宁。

6.5.2 样品加标回收率谱图及结果

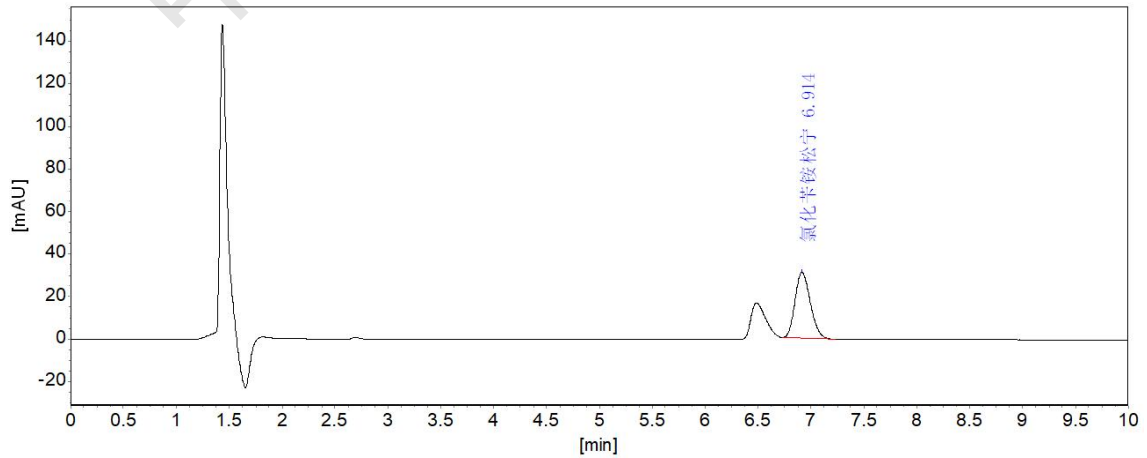


图 6 某季铵盐消毒液样品加标谱图

表 4 氯化苄铵松宁加标回收率结果

某样品中氯化苄铵 松宁/mg/L	加标量 /mg/L	测定值 /mg/L	加标回收率/%	加标回收率范围/%
未检出	200	201.25	100.63	98.08~101.23
		202.45	101.23	
		196.73	98.37	
		196.15	98.08	
		197.36	98.68	
		197.30	98.65	

6 实验结果

方法验证结论：氯化苄铵松宁的检出限、精密度、准确度结果汇总；

方法验证汇总表

化合物	检出限 /mg/L	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)	标准曲线线 性相关系数	样品中含量 /μg/g	加标回收率 /%
间苯二酚	0.3958	0.031	0.148	0.99997	未检出	98.08~101.23

由以上实验结果可知，本方法完全可以达到国标方法要求。