

消毒剂中醋酸氯己定含量测定

裴波

(安徽皖仪科技股份有限公司, 安徽 合肥 230088)

摘要: 醋酸氯己定在 254nm 有紫外吸收, 可用反相高效液相色谱仪分离, 并根据保留时间定性, 峰面积定量。

关键词: 消毒剂; 醋酸氯己定

1 实验目的

1.1 验证《消毒技术规范(2002年版)》中 2.2.1.2.12 测定醋酸氯己定方法在 LC3000 高效液相色谱仪上的系统适应性。

1.2 验证《高效液相色谱测定皮肤消毒液中醋酸氯己定含量》中改进方法在 LC3000 高效液相色谱仪上的系统适应性。

2 实验材料、试剂耗材及仪器设备

1.1 **实验材料:** 标记为“皮肤”的样品; 标记为“洗液”的样品; 标记空白的样品。

1.2 试剂耗材

1.2.1 试剂: 乙腈(色谱纯); 磷酸二氢钾(分析纯); 醋酸氯己定标准品。

1.2.2 醋酸氯己定标准溶液: 称取 0.1g 醋酸氯己定置于 100ml 容量瓶中, 用水溶解并定容至刻度, 浓度为 1mg/ml。量取 1ml 上述溶液于 10ml 容量瓶中, 用水定容至刻度, 最终浓度为 0.1mg/ml。

1.2.3 磷酸二氢钾溶液 0.02mol/L: 称取 2.7g 磷酸二氢钾于 1000ml 烧杯中, 用大约 800ml 水溶解。之后用磷酸调节溶液的 pH 值至 2.5, 将溶液倒入 1000ml 容量瓶中, 用超纯水定容至刻度。

1.2.4 耗材: 0.45um 微孔滤膜; 4.6*250mm, 5um, C8 柱。

1.3 **仪器设备:** LC3000 高效液相色谱仪; 超纯水机; 超声波清洗仪; 漩涡混合器; 溶解过滤器; 无油真空泵; 实验室常用玻璃器皿。

3 实验方法及步骤

3.1 样品处理

3.1.1 标记为“皮肤”的样品溶液：取样品 0.1ml 置于 100ml 容量瓶中，用适量水溶解并定容至刻度。

3.1.2 标记为“洗液”的样品溶液：取样品 1ml 置于 100ml 容量瓶中，用适量水溶解并定容至刻度。

3.1.3 标记空白的样品溶液：取样品 1ml 置于 100ml 容量瓶中，用适量水溶解并定容至刻度。

3.2 色谱参考条件：

色谱柱：月旭 C8，4.6*250mm，5 μ m。

流动相：0.02ml/L 磷酸二氢钾溶液（3.2.3）/乙腈=65/35

流速：1ml/min

柱温：35℃

检测波长：254nm

进样量：5 μ l（满环）

3.3 仪器准备：按要求连接好仪器，先用 30%甲醇水溶液过度系统 30min，待基线稳定后，将流动相换成“0.02ml/L 磷酸二氢钾溶液（3.2.3）/乙腈=65/35”，直至基线稳定为止。

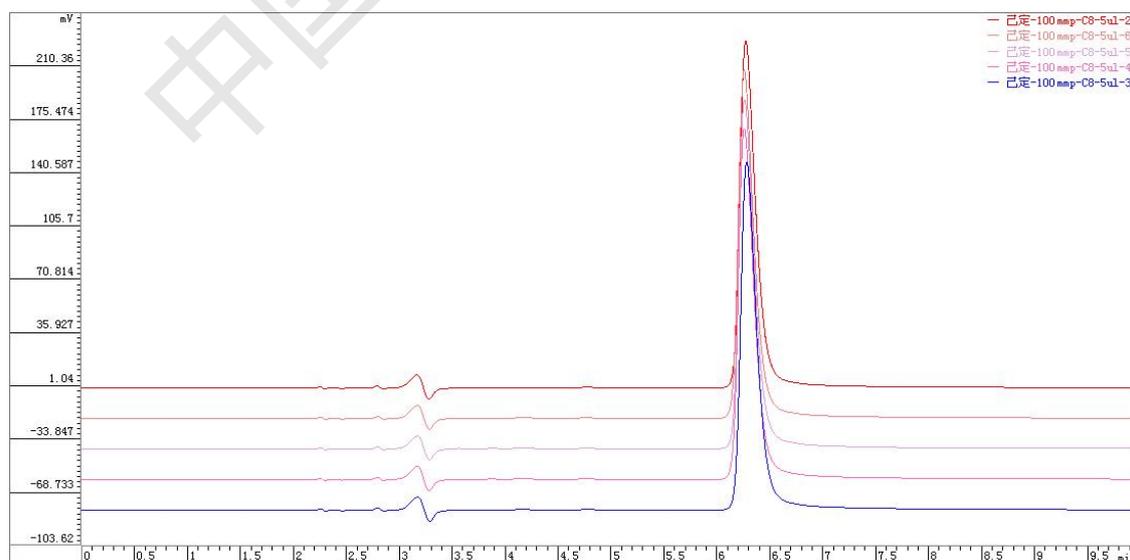
3.4 进样分析

3.4.1 重现性分析：连续满环向仪器中注入 5 μ l 的醋酸氯己定标准溶液 5 次，记录色谱图。

3.4.2 样品分析：分别向仪器中注入 5 μ l 的 4.1.1、4.1.2 和 4.1.3 的溶液，记录色谱图。

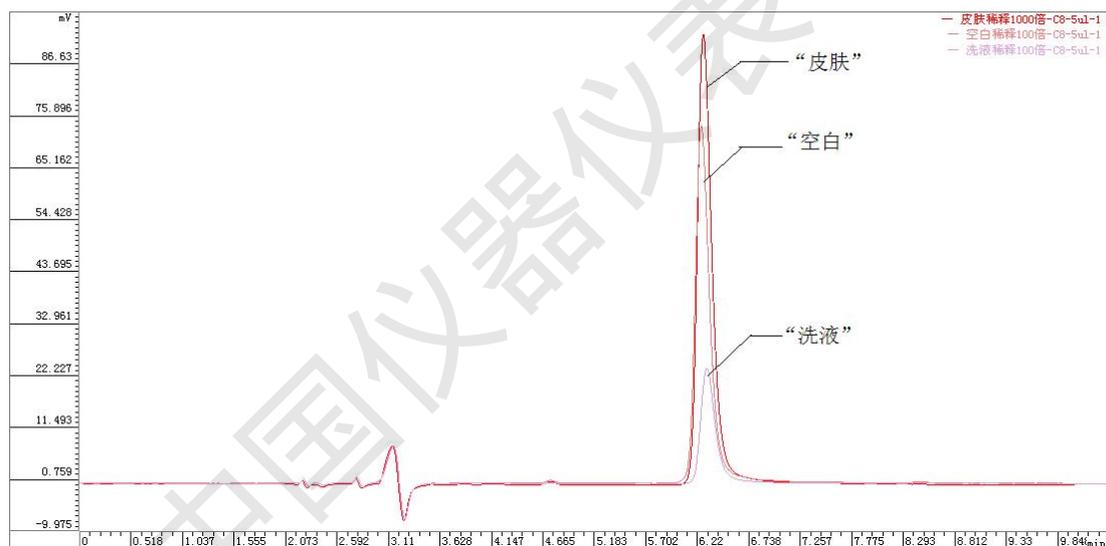
4 实验数据

4.1 五针标准品重复性谱图及数据



组份	文件名	峰面积	保留时间	峰高
醋酸氯己定	己定-100mp-C8-5u1-2	2514649	6.272	227212
醋酸氯己定	己定-100mp-C8-5u1-6	2523862	6.257	227999
醋酸氯己定	己定-100mp-C8-5u1-5	2527088	6.261	228159
醋酸氯己定	己定-100mp-C8-5u1-4	2555508	6.259	229451
醋酸氯己定	己定-100mp-C8-5u1-3	2545810	6.282	227858
	最大值	2555508	6.282	229451
	最小值	2514649	6.257	227212
	平均值	2533384	6.266	228135.8
	误差	16771.9	0.011	818.5
	RSD	0.66%	0.17%	0.36%

4.2 三种样品的分析谱叠加



5 实验结论及分析

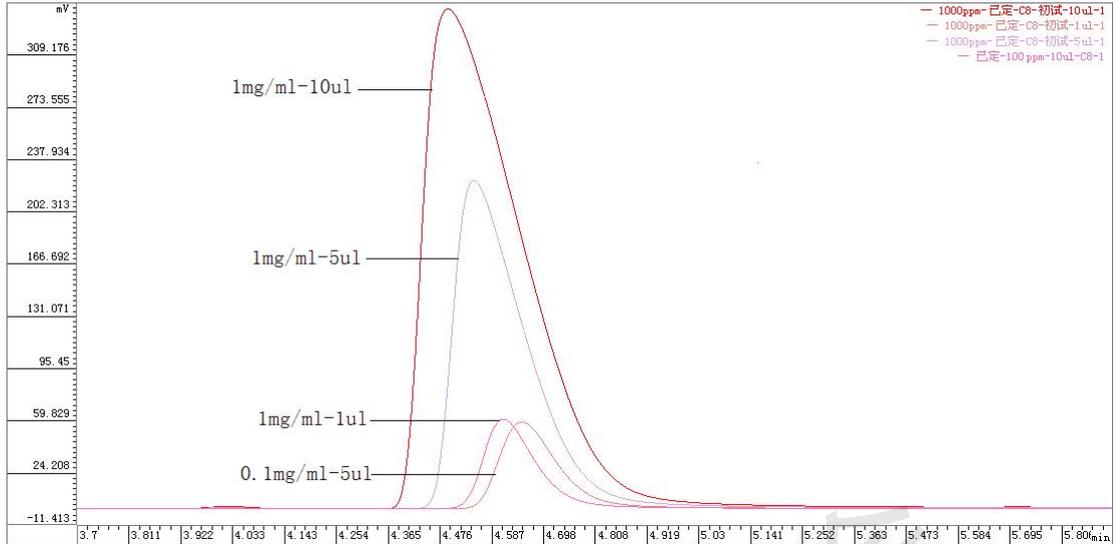
5.1 根据 5.1 的数据显示，此方法定性定量重复性良好。

5.2 图 5.2 峰形良好，其中“洗液”中的醋酸氯己定含量最低。

6 实验讨论

6.1 进样量及进样体积对峰形的影响

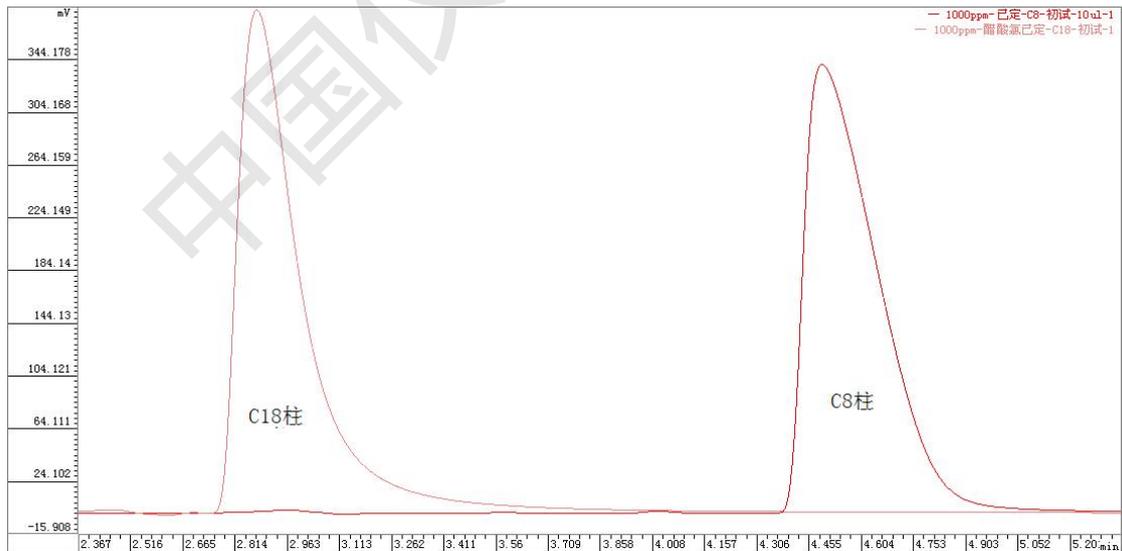
先看图：



从上图可以看出，1000ppm 进样 10ul 和 5ul，1ul 的风行有所改善，但是该进样量在现有仪器中无法准确量取，所以讲元样品稀释 10 倍如图所示，峰形良好，可以选择次条件实验。

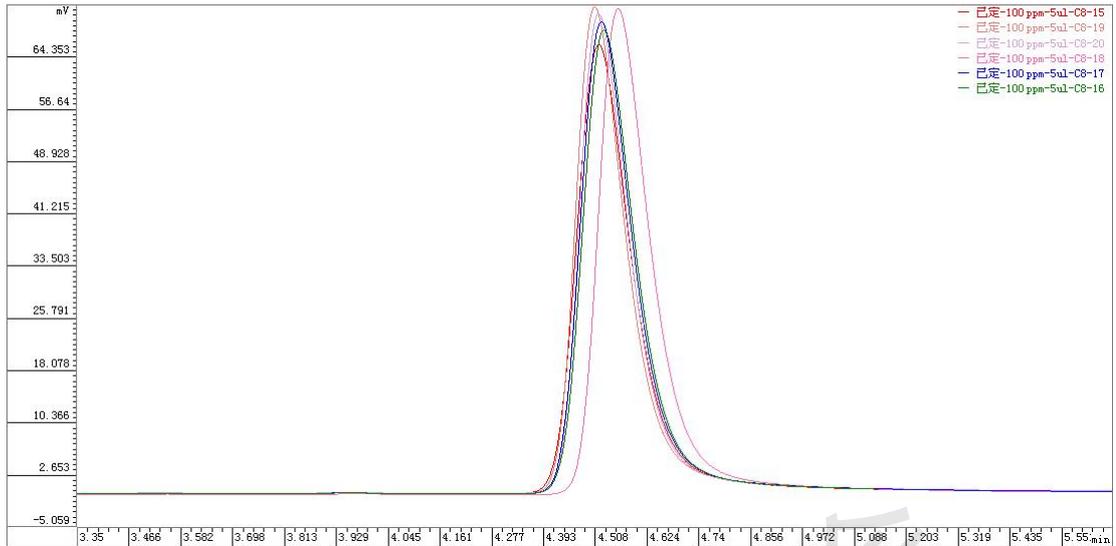
6.2 色谱柱对实验的影响

本实验选择了 C18 和 C8 两种色谱柱，根据《高效液相色谱测定皮肤消毒液中醋酸氯己定含量》中的描述，C18 柱引起醋酸氯己定峰拖尾，C8 柱能减缓拖尾。实际实验中发现，C8 柱使得主峰保留时间延长，拖尾减小。虽然没有文献所述明显，但不影响定量的前提下我们还是采用 C8 柱测试。



6.3 流动相预混与否对实验的影响

实验前期使用双泵混合 A 和 B 两相溶剂，结果，导致结果重复性很差，如图：



换用人工预混后，重复性得到了明显的改善。但是，我们需要认识的一点是：这里仪器混合引起的重复性不好不能归因于混合器的影响。最重要的原因还是两相溶剂一个是有机相，另一个水无机盐溶液，这两相的混合可能会引起盐析或者 pH 的改变，因此以后这类实验最好是用预混的等度系统做。

参考文献：

- [1] 消毒技术规范（2002年版）
- [2] 高效液相色谱测定皮肤消毒液中醋酸氯己定含量