

季铵盐类消毒剂中苯扎氯铵的测定

张佳佳, 王惠玉

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

摘要:苯扎氯铵为阳离子表面活性剂, 系广谱杀菌剂, 能改变细菌胞浆膜通透性, 使菌体胞浆物质外渗, 阻碍其代谢而起杀灭作用。苯扎氯铵常用于皮肤和黏膜消毒, 也可用于物体表面消毒。季铵盐类消毒剂更加安全可靠, 在很多场景下均可代替酒精作为消毒剂使用。

关键字: 苯扎氯铵; 消毒剂

适用于原料、单方和复方化学消毒剂中苯扎氯铵三种同系物(十二烷基二甲基苄基氯化铵、十四烷基二甲基苄基氯化铵和十六烷基二甲基苄基氯化铵)的测定。

消毒剂中苯扎氯铵三种同系物(十二烷基二甲基苄基氯化铵、十四烷基二甲基苄基氯化铵和十六烷基二甲基苄基氯化铵)在 214nm 处有紫外吸收, 使用高效毛细管电泳法进行检测, 外标法定量。

1 试剂与材料

水: 符合 GB/T6682 的一级水;

乙腈: 色谱纯;

甲醇: 色谱纯;

磷酸: 优级纯;

磷酸二氢钠: 分析纯;

氢氧化钠: 分析纯。

2 仪器与设备

高效毛细管电泳仪: 悟空 HPCE512, 配备 214nm 紫外检测器;

分析天平: 精确到 0.0001g;

涡旋混合器。

3 测定步骤

3.1 溶液的制备

3.1.1 对照品溶液的制备

分别移取 1.0mL 10g/L 三种同系物储备液, 均置于同一 10mL 容量瓶中, 用甲醇稀释、

定容至刻度，则三种同系物的工作液浓度均为1000mg/L。

标准系列的配制：用样品稀释液将工作液以倍比稀释法逐级稀释，配制三种同系物质量浓度均分别为 5mg/L、10mg/L、20mg/L 和 40mg/L 的系列标准溶液。

3.1.2 缓冲液的制备

Run buffer 配制：62.5mmol/L 磷酸二氢钠+62.5mmol/L 磷酸（pH2.1），含 40%乙腈
分别移取1250 μ L500mM 磷酸储备液、1250 μ L500mM 磷酸二氢钠储备液，置于10mL 具塞带刻度塑料离心管中，加水至6mL 刻度，混匀，加入4mL乙腈混匀后备用。

Sample buffer 配制：V（50mmol/L 乙酸）：V（乙腈）=1:1

3.2 样品前处理

样品直接用样品稀释液稀释至适当倍数即可。

3.3 毛细管电泳条件

先对新的毛细管进行预处理，用 1 mol/L NaOH 冲洗毛细管 20 min，水冲洗 5 min，Run buffer 冲洗 5 min。

每次进样前先用 1 mol/L NaOH 冲洗毛细管 2min，水冲洗 2min，Run buffer 冲洗 5min。在 0.5 psi 的氮气压力下进行流体动力注射 10S。检测波长设置为 214 nm。毛细管盒温度为 25 $^{\circ}$ C，进样盘温度为 25 $^{\circ}$ C。使用内径为 50 μ m、有效长度为 20.3cm（总长度为 32.6cm）的裸石英毛细管。在 12kV 的恒定电压下进行分离。Run buffer 为 62.5mmol/L 磷酸二氢钠，62.5mmol/L 磷酸（pH2.1），含 40%乙腈。

4 实验结果

4.1 校准曲线及检出限

配制苯扎氯铵标准品包含十二烷基二甲基苄基氯化铵、十四烷基二甲基苄基氯化铵和十六烷基二甲基苄基氯化铵（简称为 C12、C14 和 C16）的一系列溶液，浓度依次为 5mg/L、10mg/L、20mg/L 和 40mg/L。依次进样，峰面积外标法定量，峰面积与质量浓度具有良好的线性关系。线性回归方程、线性范围、相关系数及检出限如表 1 所示。

表 1 线性回归方程、线性范围、相关系数及检出限

成分	线性方程	r	LOD (mg/L)
C12	$y=0.0048x+0.0003$	0.9991	0.4
C14	$y=0.004x+0.002$	0.9987	0.4
C16	$y=0.0043x+0.0019$	0.9990	0.4

y 为峰面积；x 为质量浓度，mg/L；线性范围为 5-40mg/L

苯扎氯铵标准品各个浓度梯度电泳图如图 1 所示。

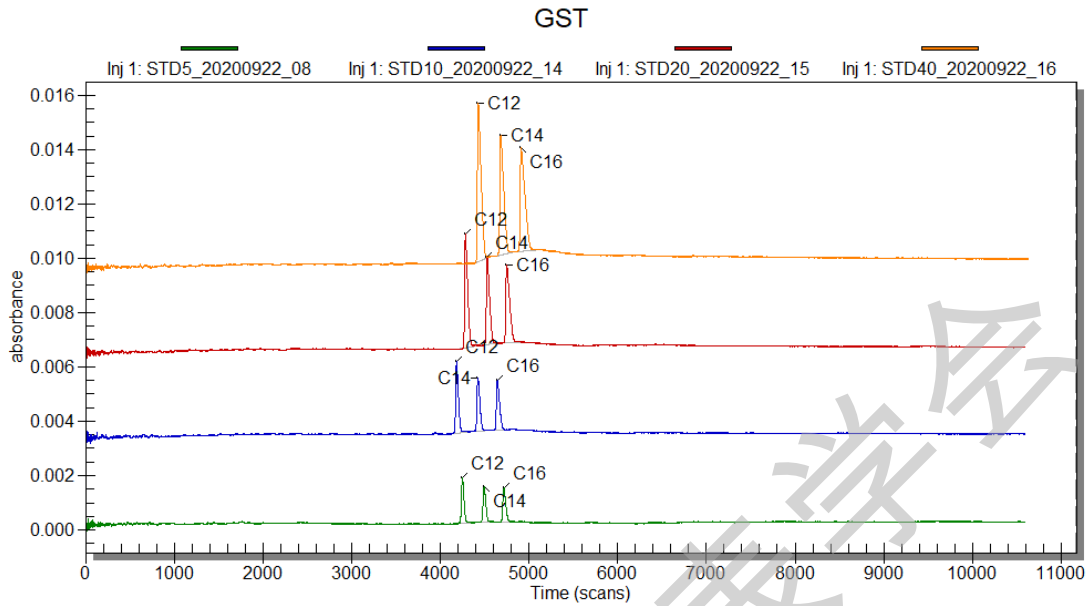


图 1 苯扎氯铵标准品各个浓度梯度电泳图

4.2 重复性实验

为了验证仪器的稳定性，将三种同系物浓度均为 5mg/L 的混合标准溶液进样 7 次，考察仪器精密度，结果见表 2。

表 2 仪器精密度 (n=7)

	C12		C14		C16	
	迁移时间 (min)	峰面积	迁移时间 (min)	峰面积	迁移时间 (min)	峰面积
5mg/L 的三种同系物的混合标准溶液	4.421	0.02948	4.688	0.02517	4.939	0.02612
	4.406	0.03032	4.673	0.02502	4.917	0.02704
	4.404	0.03072	4.673	0.02659	4.922	0.02781
	4.396	0.03389	4.663	0.0281	4.911	0.02893
	4.419	0.03147	4.687	0.02594	4.933	0.02787
	4.402	0.03019	4.668	0.02594	4.915	0.02835
	4.382	0.03144	4.646	0.02587	4.892	0.0284
RSD%	0.305	4.595	0.311	3.943	0.316	3.397

三种同系物浓度均为 5mg/L 的混合标准溶液进样 7 次的电泳图如图 2 所示。

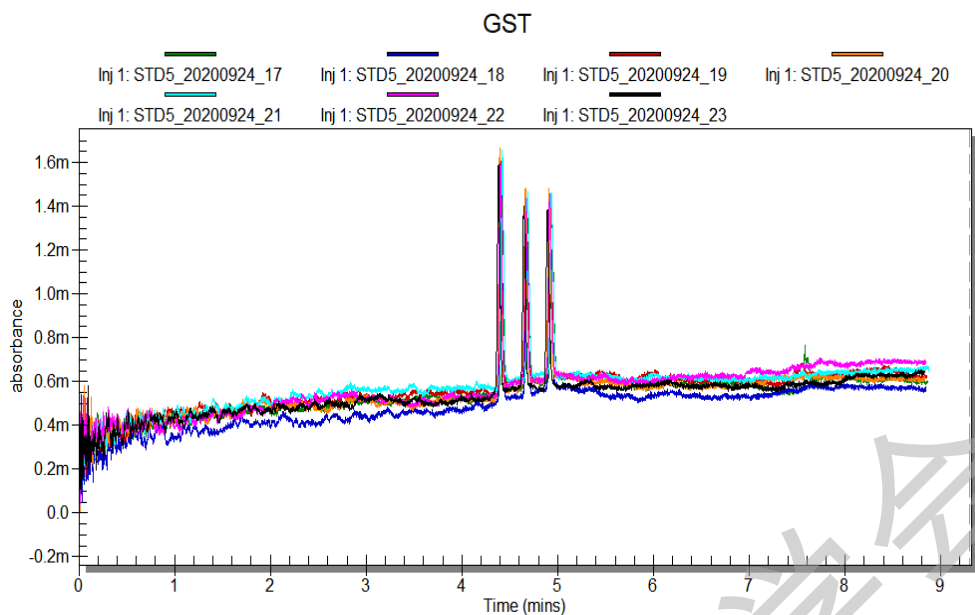


图 2 三种同系物浓度均为 5mg/L 的混合标准溶液的重复性

4.3 实际样品分析

选取 4 种消毒剂样品进行分析，稀释至适当倍数后上机检测。分析结果见表 3。

表 3 实际样品结果列表

样品	季铵盐总量 (g/L)	季铵盐总量均值 (g/L)	季铵盐总量 (%)	季铵盐总量均值 (%)
1#	18.81	18.97	1.88	1.90
	19.13		1.91	
2#	16.47	16.25	1.65	1.62
	16.03		1.60	
3#	0.92	0.94	0.092	0.094
	0.95		0.095	
5#	7.88	7.76	0.79	0.78
	7.64		0.76	

样品的电泳图如图 3-6 所示。

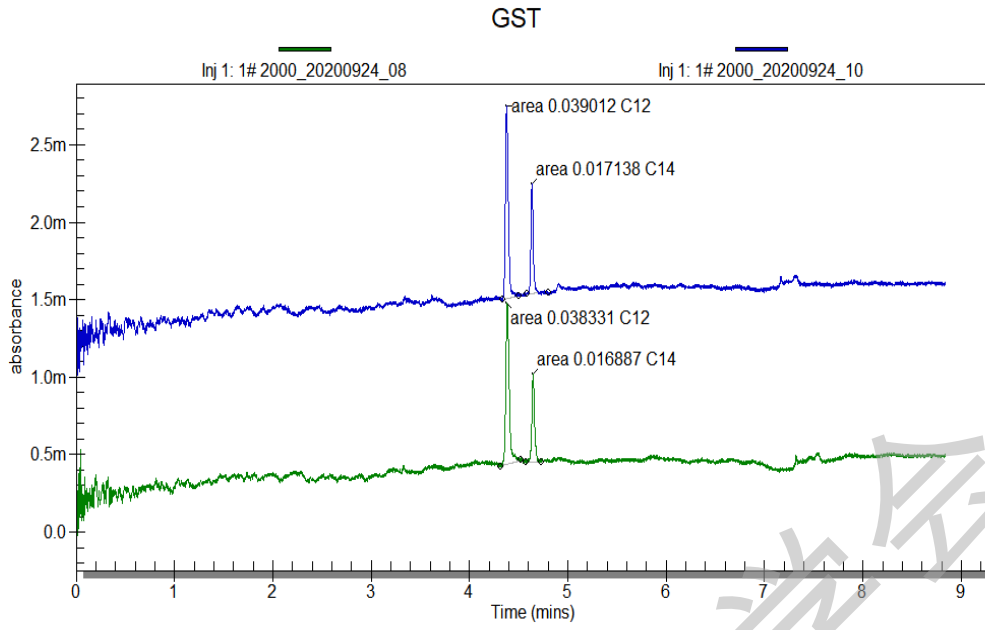


图 3 1#样品稀释 2000 倍后的电泳图

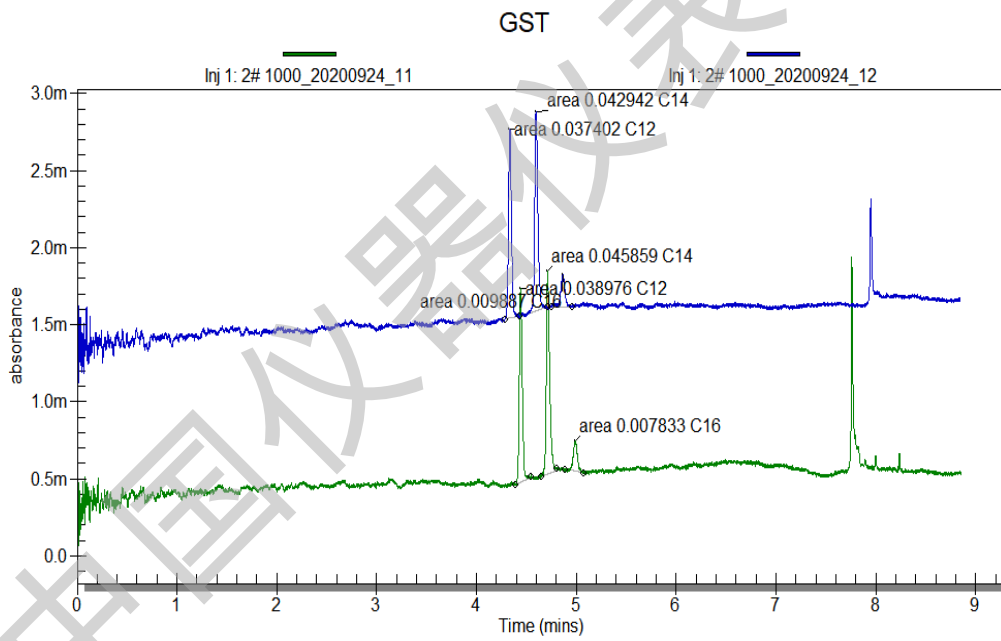


图 4 2#样品稀释 1000 倍后的电泳图

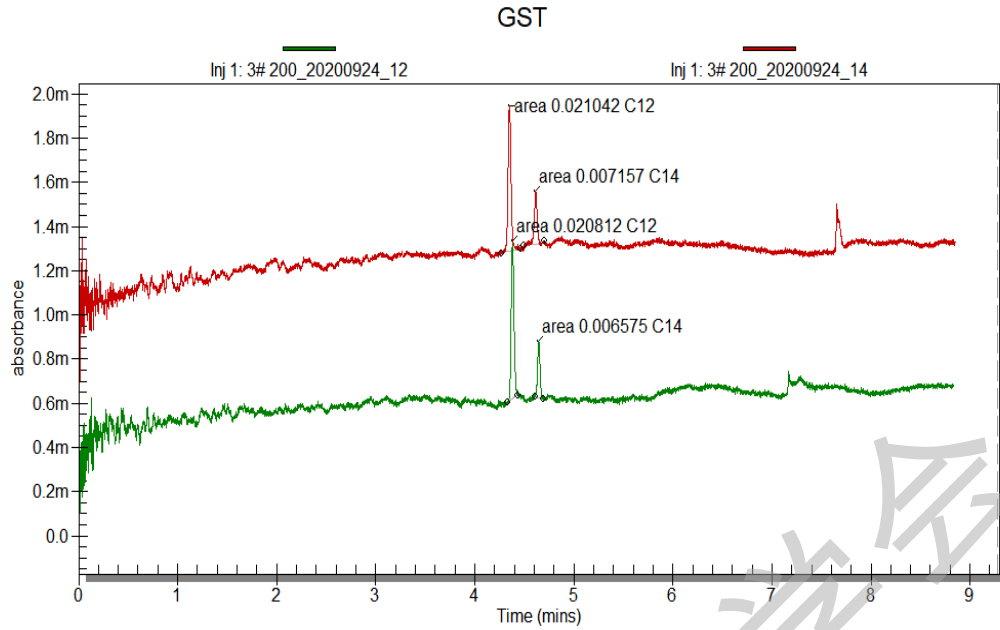


图 5 3#样品稀释 200 倍后的电泳图

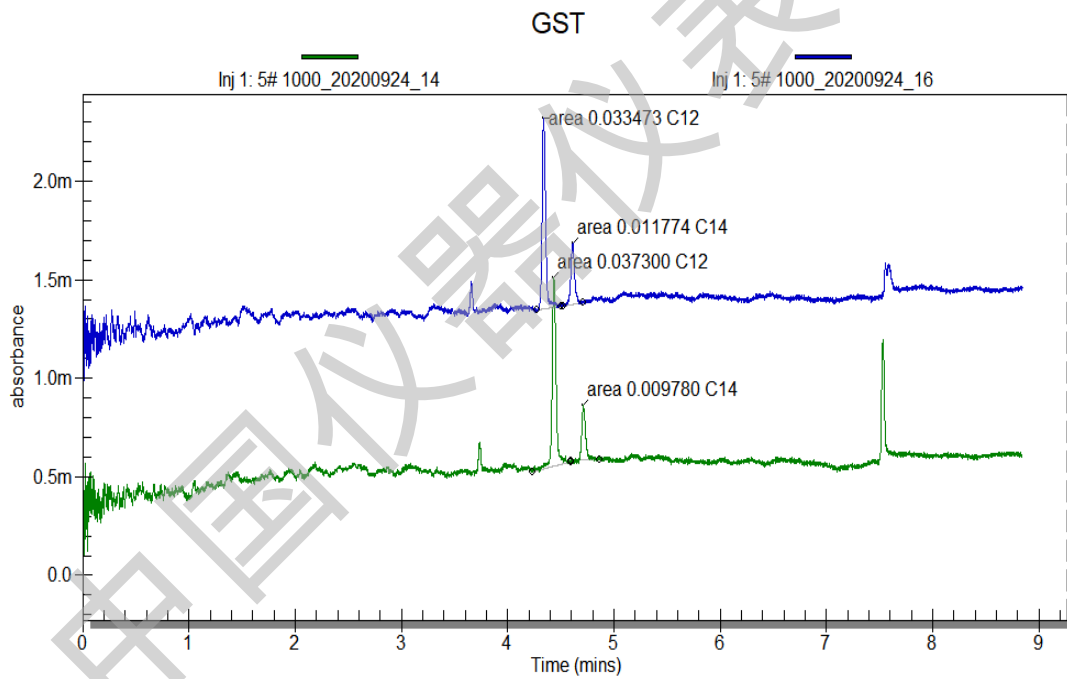


图 6 5#样品稀释 1000 倍后的电泳图

5 结论

结果表明，高效毛细管电泳 HPCE512 可用于季铵盐类消毒剂中苯扎氯铵的检测，适用于原料、单方和复方化学消毒剂中苯扎氯铵三种同系物的分析，样品前处理简单，线性拟合度高，检出限达 0.4mg/L，精密度高，定量准确快速，为季铵盐类消毒剂中苯扎氯铵的检测提供了依据。