

# 消毒剂中对氯间二甲苯酚含量测定

陈卿卿

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

**摘要:** 对氯间二甲苯酚在 220nm 波长处有紫外吸收, 可用反相高效液相色谱分离, 并根据保留时间定性, 峰面积定量。

**关键词:** 反相高效液相色谱法; 检测方法; 对氯间二甲苯酚

## 1 检测方法

依据国家标准: 《GB 27947-2011 酚类消毒剂卫生要求》

## 2 试剂和材料

### 2.1 试剂

2.1.1 甲醇( $\text{CH}_3\text{OH}$ ): 色谱纯

2.1.2 纯水: 娃哈哈纯净水

### 2.2 材料与仪器

2.2.1 高效液相色谱仪,带紫外检测器

2.2.2 天平:感量为 0.0001g

2.2.3 移液枪: 量程 1 mL、200  $\mu\text{L}$

2.2.4 10mL、100mL 容量瓶若干

2.2.5 标准品: 4-氯-3,5-二甲基苯酚; 厂家: 安谱; 编号: CDCT-C11405100

## 3 标准系列溶液配置

### 3.1 标准储备溶液(约 1000 mg/L)

准确称取标准品 0.1032g(精确到 0.0001g), 用甲醇溶解并定容至 100mL 容量瓶中, 摇匀, 备用

### 3.2 系列标准使用液

分别准确移取标准储备液 (3.1) 0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL 置于 10mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 配成最终浓度为 0 mg/L、200 mg/L、400 mg/L、600mg/L、800 mg/L 的标准系列溶液, 用 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤, 待进样。

### 3.3 最低检出限溶液 (1 mg/L)

准确移取 200mg/L 的标准系列溶液 50  $\mu$ L 于 10mL 容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度，摇匀，待进样。

## 4 样品前处理

### 4.1 试样制备

4.1.1 样品配置：参考《GB 27947-2011 酚类消毒剂卫生要求》附录 C

4.1.2 加标样品配置：准确称取某消毒剂样品 0.5g(精确至 0.0001g)，加入 200 mg/L 的标准系列溶液 50  $\mu$ L，用甲醇溶解，并定容于 10mL 容量瓶中，过 0.45 $\mu$ m 微孔滤膜后，待进样。重复 6 次，做 6 组平行实验。

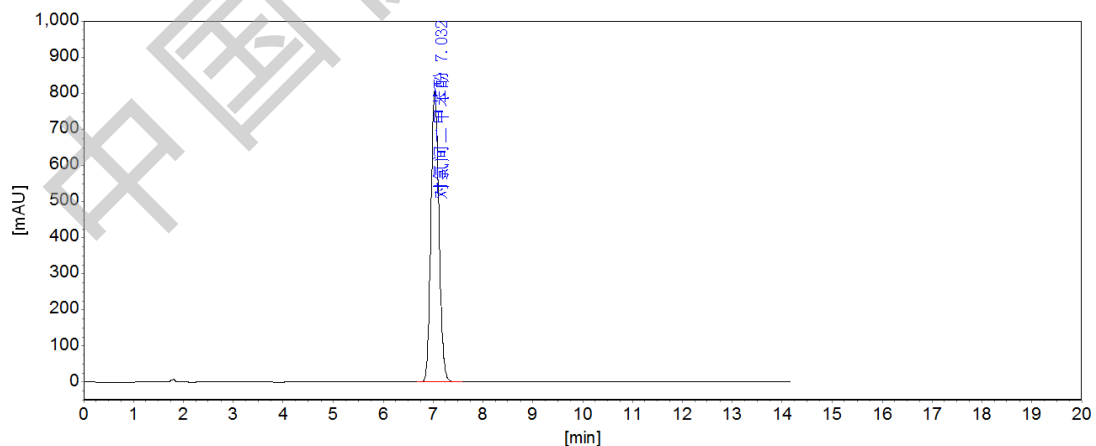
## 5 仪器条件

- a) 色谱柱:Sapphiresil C18，柱长 150mm，内径 4.6mm，粒径 5 $\mu$ m
- b) 流动相：水：纯甲醇=30：70
- c) 流速: 1.0 mL/min
- d) 检测器: UV 220 nm
- e) 柱温: 25  $^{\circ}$ C
- f) 进样量: 5  $\mu$ L

## 6 分析结果

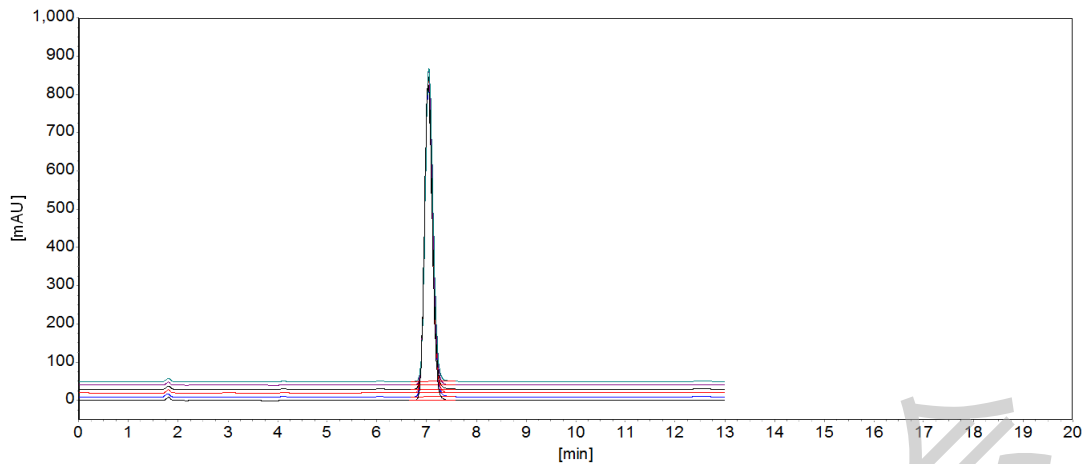
### 6.1 液相标样谱图及结果

a) 标样谱图及结果 (600 mg/L)



名称	t/min	峰面积/mAu*s	峰高/mAu	拖尾因子	理论塔板
对氯间二甲苯酚	7.032	9210.9841	805.3593	1.131	8755

b) 标样重复性谱图及结果 (600 mg/L)

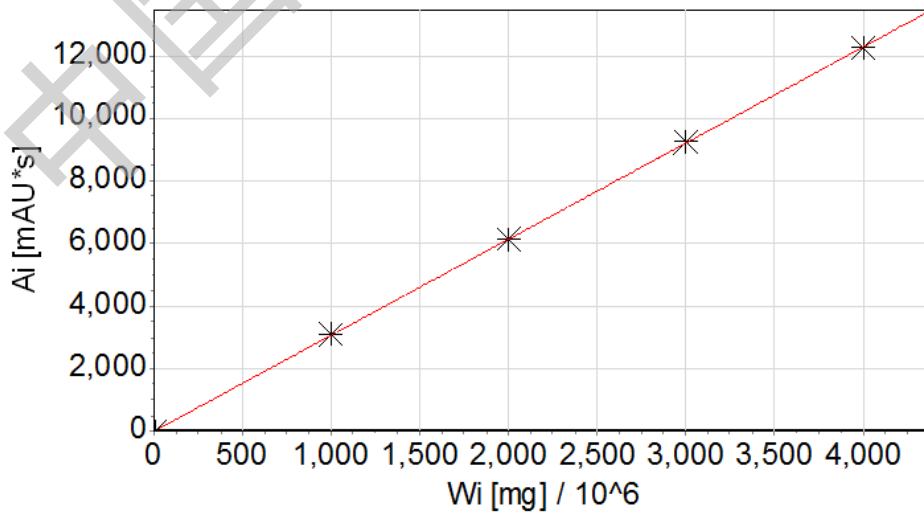


名称	序号	t/min	峰面积/mAU*s	峰高/mAU
对氯间二甲苯酚	1	7.027	9235.9867	827.5937
	2	7.032	9200.8213	816.1431
	3	7.037	9280.8070	820.1643
	4	7.042	9249.7705	816.3814
	5	7.031	9235.0295	823.4097
	6	7.032	9210.9841	805.3593
平均值		7.034	9235.5665	818.1753
RSD/%		0.076	0.309	0.933

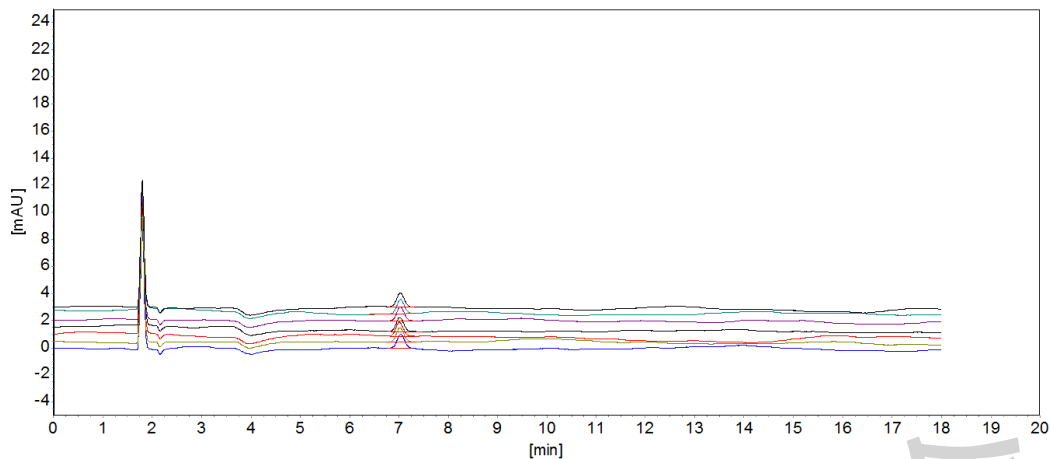
6.2 标准曲线

标准曲线绘制：分别进样对氯间二甲苯酚浓度为 0 mg/L、1mg/L、200 mg/L、400 mg/L、600mg/L、800 mg/L 的标准溶液各 5 μL，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。

1. 对氯间二甲苯酚:  $W_i = 3.25729E-010 * A_i$ ,  $r^2 = 0.99998$



6.3 最低检出限 (1.0 mg/L)

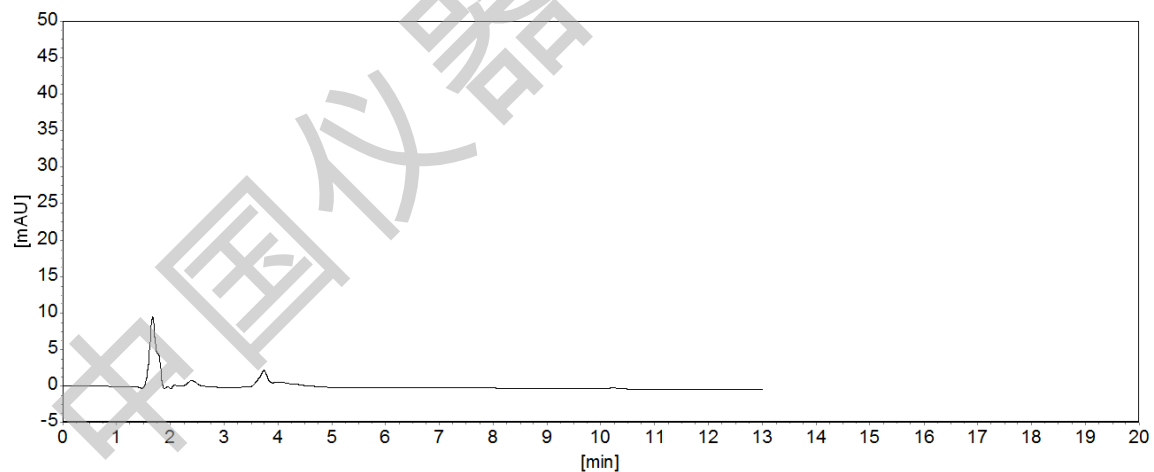


平行测定	1/ mg/L	2/ mg/L	3/ mg/L	4/ mg/L	5/ mg/L	6/ mg/L	7/ mg/L	标准偏差/ mg/L	检出限/ μg/g
对氯间二甲苯酚	0.7037	0.7172	0.7494	0.7454	0.7586	0.7154	0.7392	0.0205	1.2882

注：检出限按称样量 0.5 g，定容体积 10mL 计算。

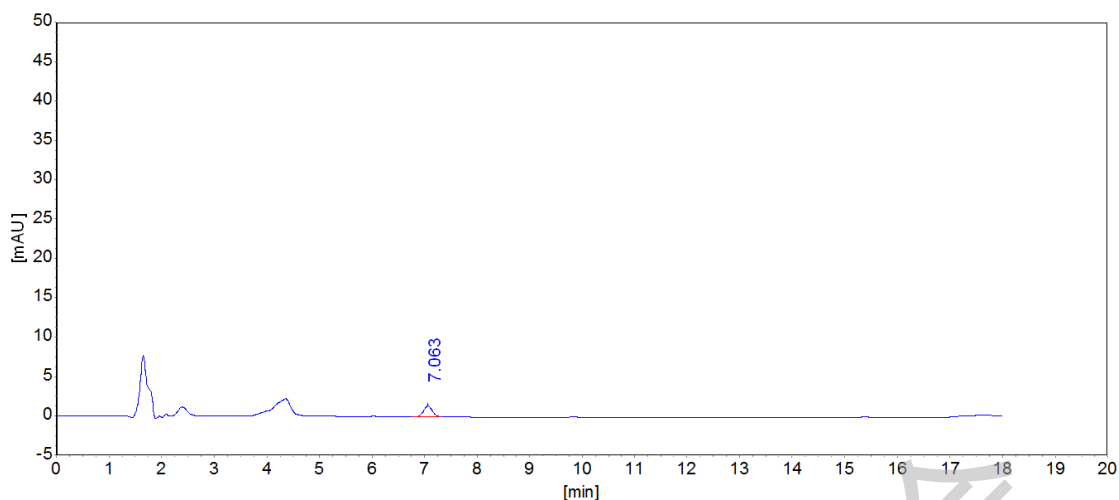
#### 6.4 样品谱图及结果

a) 某消毒液中对氯间二甲苯酚的谱图



样品中未检出对氯间二甲苯酚，与标识不符，为不合格产品。

b) 样品加标回收率谱图及结果



某样品中对氯间二甲苯酚/ $\mu\text{g/g}$	加标量/ $\mu\text{g/g}$	测定值/ $\mu\text{g/g}$	加标回收率/%	加标回收率范围/%
未检出	19.29	20.04	103.89	103.89-108.96
	19.29	20.15	104.46	
	19.29	20.22	104.82	
	18.97	20.52	108.20	
	18.97	20.67	108.96	
	18.97	20.54	108.30	

## 6.5 实验结果

方法验证结论：各测试水平的检出限、测定下限、精密度、准确度结果汇总；

方法验证汇总表

化合物	检出限/ $\mu\text{g/g}$	测定下限/ $\mu\text{g/g}$	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)	标准曲线线性相关系数	样品中含量/%	加标回收率/%
对氯间二甲苯酚	1.2882	3.8646	0.076	0.309	0.99998	未检出	103.89-108.96

注：检出限按称样量 0.5 g，定容体积 10mL 计算。

由以上实验结果可知，本方法完全满足标准要求。