

酚类消毒剂中三氯生的测定

黄燕

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 三氯生 (2,4,4'-三氯-2'-羟基二苯醚) 在 280nm 处有紫外吸收, 可用反相高效液相色谱(HPLC) 分离, 并根据保留时间定性, 峰面积定量。本方法适用于测定消毒剂中的三氯生有效成分。

关键词: 反相高效液相色谱法; 检测方法; 酚类消毒剂中三氯生

1 检测方法

依据国家标准: 酚类消毒剂卫生要求 (GB 27947-2011)。

2 试剂和材料

2.1 试剂配制

2.1.1 甲醇 (CH₃OH): 色谱纯。

2.1.2 三氯生标准溶液 (1.0mg/mL): 称取三氯生标准品 0.1g, 用少量甲醇溶解后并定容至 100mL。

2.1.3 水: 娃哈哈纯净水

2.2 标准系列配制

吸取 0.0、2.0、4.0、6.0、8.0 mL 三氯生标准溶液 (2.1.2), 分别加入 10、8.0、6.0、4.0、2.0 mL 流动相, 混匀, 得到 0 mg/L、200 mg/L、400 mg/L、600 mg/L 和 800 mg/L 的标准系列溶液。

2.3 材料与仪器

2.3.1 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。

2.3.2 色谱柱: Sunniest C18 柱, 4.60 mm * 250 mm, 粒径为 5.0 μm。

2.3.3 分析天平: 感量为 0.01g。

3 试样制备

称取 0.01 g 凝胶消毒液, 用适量流动相溶解并定容至 10 mL, 经 0.45 μm 滤膜过滤, 待进样。若消毒剂为液体, 则直接进样或适当稀释后进样。

4 仪器条件

- a) 色谱柱: Sunniest C18, 柱长 250mm, 内径 4.6mm, 粒径 5 μ m
- b) 流动相: 甲醇: 水=80: 20
- c) 流速: 1.0 mL/min
- d) 检测器: UV 280nm
- e) 柱温: 40 $^{\circ}$ C
- f) 进样量: 5 μ L

5 分析结果

5.1 三氯生标准溶液典型谱图及结果

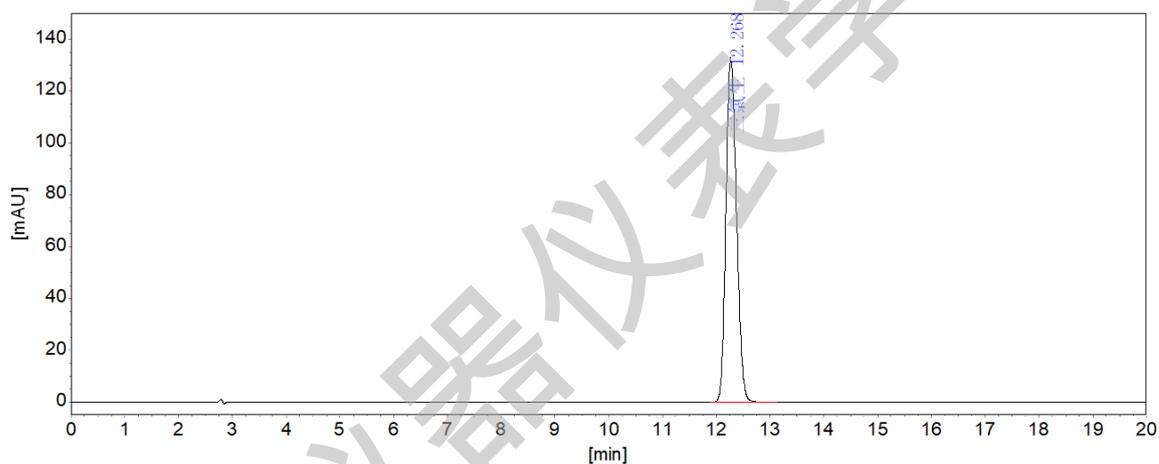


图 1 400 mg/L 三氯生标准溶液典型谱图

表 1 400 mg/L 三氯生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	分离度	拖尾因子
三氯生	12.268	1817025.6	132114.2	17905	--	1.177

5.2 三氯生标准溶液重复性谱图及结果

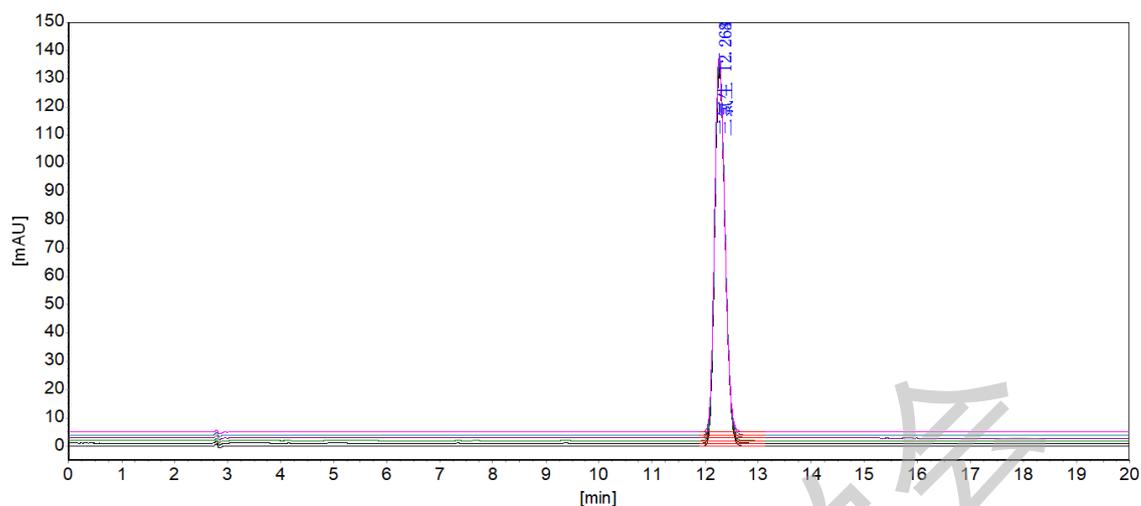


图 2 400 mg/L 三氯生标准溶液六针重复性谱图

表 2 400 mg/L 三氯生标准溶液 RSD% 重复性结果

组分名	平均时间 [min]	时间 RSD%	平均面积 [mAU*s]	面积 RSD%	平均峰高 [mAU]	峰高 RSD%
三氯生	12.265	0.021	1818884	0.214	132977.4	0.452

5.3 标准曲线的绘制

分别进样浓度为 0 mg/L、200 mg/L、400 mg/L、600 mg/L、800 mg/L 的标准系列溶液各 5 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。

组分[三氯生]: 曲线方程: $W_i = 1.12355E-009 * A_i$

校正因子: $f_0=0$, $f_1=1.12355E-009$ 相关系数: $r^2 = 0.99997$

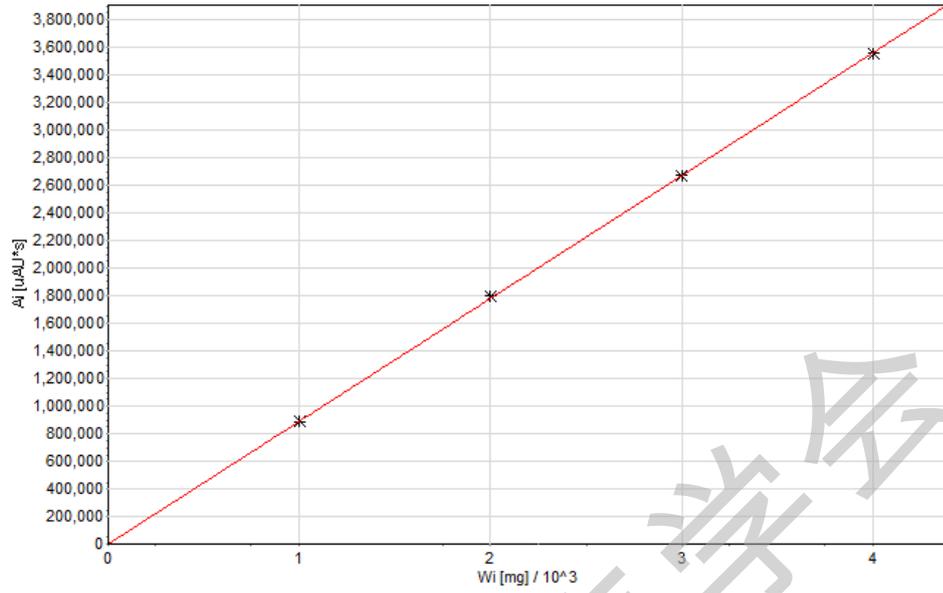


图3 三氯生的校正曲线

5.4 最低检出限

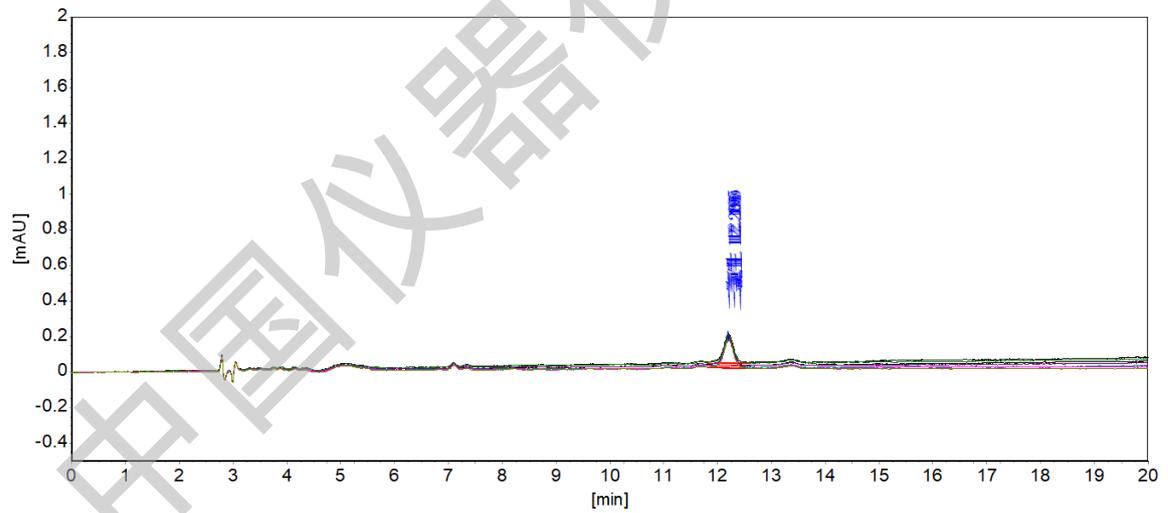


图4 0.5 mg/L 三氯生标准溶液七针重复性谱图

表 3 三氯生检出限和定量限结果

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	定量限 / mg/L
三氯生	0.5224	0.5047	0.4775	0.5062	0.4553	0.4730	0.4888	0.0230	0.0723	0.2893

5.5 样品测试

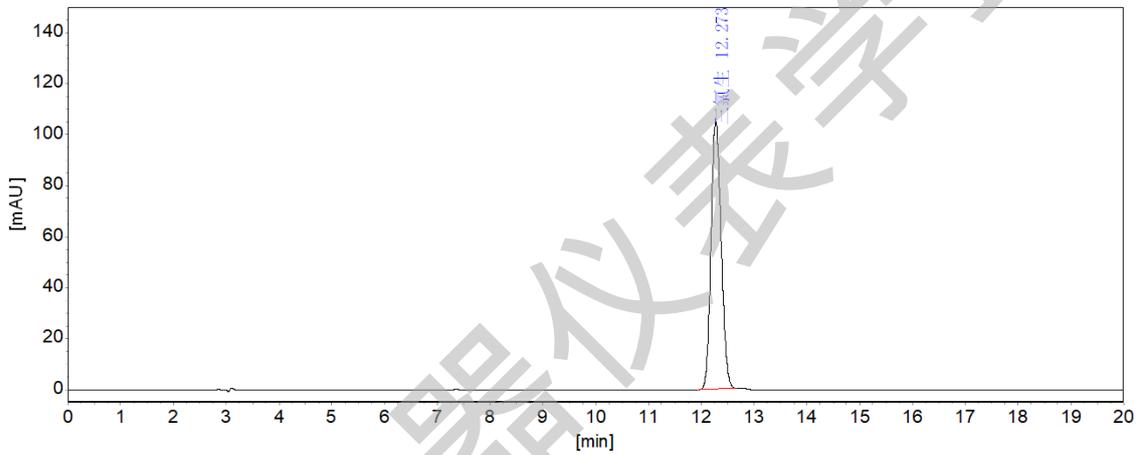


图 5 某消毒液样品谱图

表 4 消毒液样品中三氯生的测定结果

序号	保留时间 [min]	峰面积[uAU*s]	峰高[uAU]	含量% (w/w)	产品标识含量% (w/w) :
1	12.273	1401775	104802.1	0.3150	0.25~0.35
2	12.269	1402741	104939.3	0.3152	
平均值	12.271	1402258	104870.7	0.3151	
RSD%	0.019	0.049	0.093	0.049	

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值为算术平均值的 0.06%，小于 3%。

6 实验结果

方法验证结论：三氯生的检出限、测定下限、精密度、准确度结果汇总如下：

表 5 方法验证汇总表

化合物	检出限 (mg/L)	定量限 (mg/L)	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)	标准曲线线 性相关系数
三氯生	0.0723	0.2893	0.021	0.214	0.99997

由以上实验结果可知，本方法完全可以达到国标方法要求。

中国仪器仪表教学网