

# 消毒剂中对氯间二甲苯酚含量的测定

裴波

(安徽皖仪科技股份有限公司, 安徽省合肥市 230088)

**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:** 消毒剂; 对氯间二甲苯酚

## 1 实验目的

验证 GB 27947-2011 附录 C 《消毒剂中对氯间二甲苯酚含量测定》方法在 LC3000 上的可行性。

## 2 实验材料、试剂耗材及仪器设备

### 2.1 实验材料

亿人安消毒液

### 2.2 试剂耗材

2.2.1 甲醇 (色谱纯);

2.2.2 对氯间二甲苯酚标准溶液: 称取对氯间二甲苯酚 0.1g, 用少量甲醇溶解后并定容至 100ml。

2.2.3 0.45um 有机滤膜; 4.6\*250mm, 5um, C18 色谱柱

### 2.3 仪器设备

C3100 高效液相色谱仪 (紫外检测器); 超纯水机; 超声波清洗器; 溶剂过滤器; 无油真空泵。

## 3 实验方法及步骤

### 3.1 样品前处理

取 1ml“亿人安”样品, 置于 100ml 容量瓶中, 加入适量甲醇溶解后再用甲醇定容至刻度。

### 3.2 标准曲线绘制

用对氯间二甲苯酚标准溶液配制浓度分别为 0mg/ml、0.2mg/ml、0.4mg/ml、0.6mg/ml、0.8mg/ml。在以下设定条件下, 进样 5ul 于高效液相色谱仪中分析。以标准系列质量浓度为横坐标, 以峰面积为纵坐标进行线性回归, 得到线性方程。

### 3.3 色谱参考条件

色谱柱：艾杰尔 Promosil C18, 4.6\*250mm, 5um (S/N:P9510525CIL0934)

流动相：甲醇/水=70/30

流速：1ml/min

柱温：35°C

检测波长：220nm

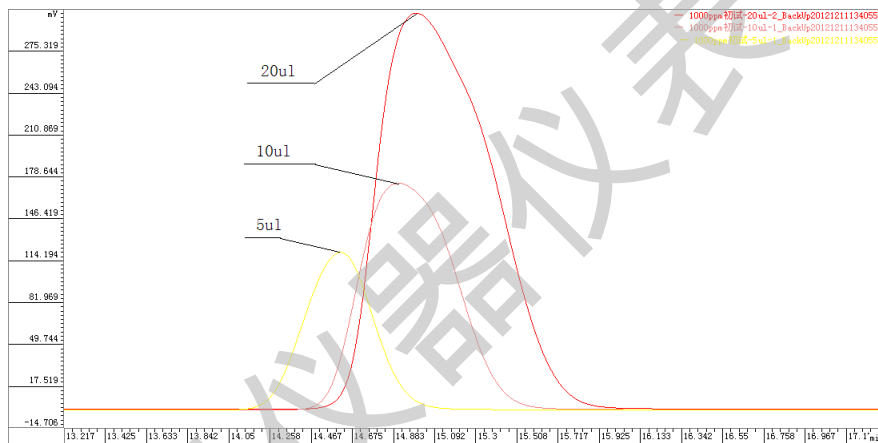
进样量：5ul

### 3.4 样品测定

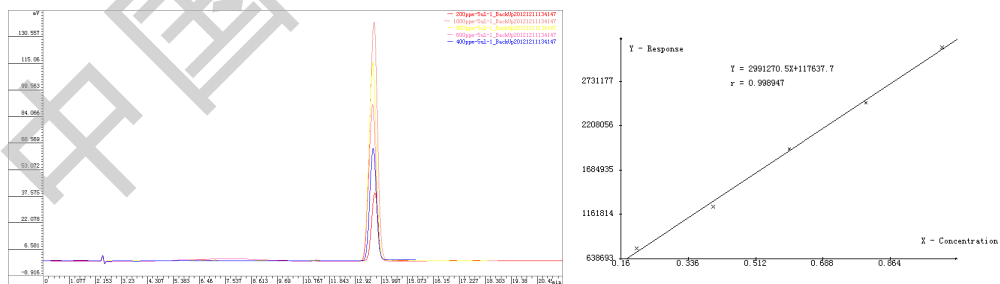
在设定的条件下，进 5ul 样进行分析，根据方程计算响应的对氯间二甲苯酚的含量。

## 4 实验数据

### 4.1 不同体积 (20ul、10ul、5ul) 进样数据

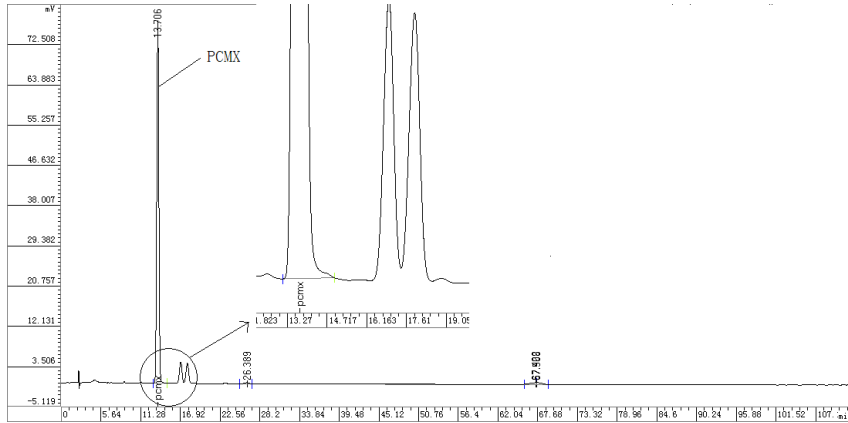


### 4.2 标准曲线及谱图叠加

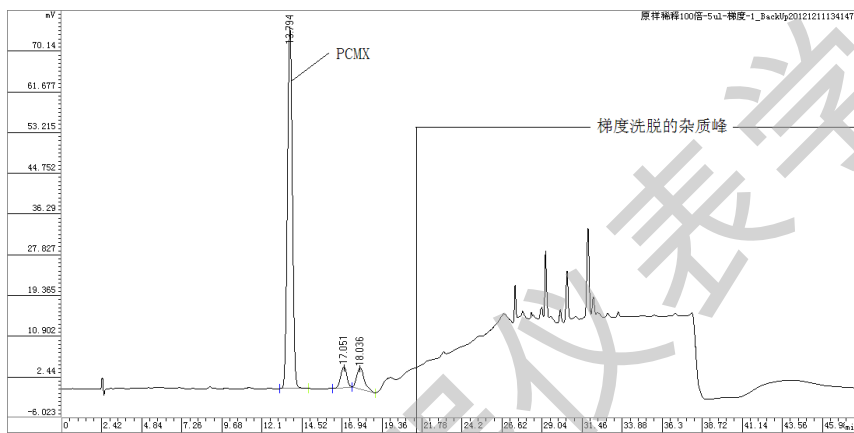


### 4.3 样品实验谱图

#### 4.3.1 等度运行 100min



#### 4.3.2 主峰出完之后梯度加大甲醇比例



## 5 实验结论及分析

由 5.1 的图可以看出，本样品在 10ul 及 10ul 以上，峰形发生变化，不利于定性定量，进样量降低至 5ul 时峰形得到改善。因此，本实验采用 5ul 进样效果比较好。

图 5.2 表明此方法的在 0-1mg/ml 范围内线性良好。

图 5.3 的两张图为“亿人安”样品的等度和梯度洗脱实验结果。由于样品中含有大量的中药成分，极有可能干扰对氯间二甲苯酚组分的分离，但从上面的放大图来看，中药成分并没有对主分离产生强烈的干扰。另外，对氯间二甲苯酚出峰时间较短，有大量的中药成分保留在柱子中，所以要延长洗脱时间或采用梯度洗脱的方式将柱子清洗干净。