

DB32

江苏省地方标准

DB32/T 5109—2025

消毒产品中苯扎氯铵含量的测定
液相色谱法

Determination of benzalkonium chloride in disinfection products—
Liquid chromatography (LC) method

2025-03-25 发布

2025-04-25 实施

江苏省市场监督管理局 发布
中国标准出版社 出版

目 次

前言Ⅲ

1 范围1

2 规范性引用文件1

3 术语和定义1

4 原理1

5 试剂和材料1

6 仪器和设备2

7 分析步骤2

8 结果计算和表示3

9 检出限和定量限3

10 回收率和精密度3

11 允许差3

附录A(资料性) 苯扎氯铵的液相色谱二极管阵列(LC-DAD)典型光谱图和色谱图4

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由江苏省精细化工标准化技术委员会提出、归口并组织实施。

本文件起草单位：泰州市产品质量监督检验院、常州检验检测标准认证研究院、南京海关工业产品检测中心、青岛市食品药品检验研究院、苏州市产品质量监督检验院。

本文件主要起草人：陈松辉、钱辉、蔡露溱、鲍军方、汤娟、钱凯、周元圣、王爱霞、汶海花、李兴根、张子良、王文、谢坚、潘阮。

消毒产品中苯扎氯铵含量的测定

液相色谱法

1 范围

本文件描述了苯扎氯铵的液相色谱测定方法。

本文件适用于消毒产品中苯扎氯铵含量的测定,消毒产品原料中苯扎氯铵含量的测定也可参照本文件执行。

注:本文件中苯扎氯铵包括十二烷基二甲基苄基氯化铵、十四烷基二甲基苄基氯化铵、十六烷基二甲基苄基氯化铵3种组分。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中苯扎氯铵用水提取稀释,经滤膜净化后,用液相色谱分离,二极管阵列或紫外检测器检测,根据色谱峰相对保留时间定性,外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 除非另有规定,使用分析纯或以上规格试剂,水应符合 GB/T 6682 中的一级水的规定。

5.2 苯扎氯铵(BAC)对照品:十二烷基二甲基苄基氯化铵(DDBAC,分子式: $C_{21}H_{38}ClN$),纯度 $\geq 98\%$,CAS号:139-07-1;十四烷基二甲基苄基氯化铵(TDBAC,分子式: $C_{23}H_{42}ClN$),纯度 $\geq 98\%$,CAS号:139-08-2;十六烷基二甲基苄基氯化铵(HDBAC,分子式: $C_{25}H_{46}ClN$),纯度 $\geq 98\%$,CAS号:122-18-9;其他含量的有证标准物质均可。

5.3 乙腈:色谱纯。必要时经有机滤膜净化后使用。

5.4 乙酸铵。

5.5 三乙胺。

5.6 冰乙酸。

5.7 水相滤膜:0.45 μm 。

5.8 有机相滤膜:0.45 μm。

5.9 乙酸铵缓冲溶液:称取 0.5 g 乙酸铵(5.4)溶解于 200 mL 水中,加入 1 mL 三乙胺(5.5),定容至 1 000 mL,用冰乙酸(5.6)调节 pH 至 5.0,过 0.45 μm 水相滤膜(5.7),待用。

5.10 标准储备液:称取苯扎氯铵三种组分对照品十二烷基二甲基苄基氯化铵、十四烷基二甲基苄基氯化铵、十六烷基二甲基苄基氯化铵(以纯品计)各 0.02 g(精确至 0.000 1 g),用水溶解转移至 10 mL 容量瓶中,定容至刻度并摇匀,此溶液苯扎氯铵 3 种组分质量浓度都为 2 mg/mL,置于 0℃~8℃保存。

5.11 标准工作溶液:移取上述标准储备液适量以水稀释配制成不少于 5 个适当质量浓度的标准工作溶液,如质量浓度分别为:10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、500 mg/L。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱仪:配二极管阵列(DAD)或者紫外检测器(UVD)。

6.2 XDB-C₁₈色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm),或性能相当者。

6.3 电子分析天平:分度值为 0.1 mg。

6.4 超声清洗仪:功率为 400 W。

7 分析步骤

7.1 样品处理

称取 1 g(精确至 0.000 1 g)样品,用水溶解(必要时超声 5 min),转移至 10 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,静置,过水相滤膜后,上机测试。样品的质量浓度如超出线性范围可以稀释后上机测定。

7.2 液相色谱条件

液相色谱参考条件见表 1。

表 1 液相色谱参考条件

项目	参数
紫外检测波长	262 nm
进样量	20 μL
流速	1.0 mL/min
柱温	40℃
流动相	乙腈:乙酸铵缓冲溶液(体积比)=70:30

7.3 测定

分别移取 20 μL 系列混合标准工作溶液(5.11)和样品过滤液(7.1)。在液相色谱参考条件(7.2)下,进样测定。由保留时间定性,标准曲线计算试样中苯扎氯铵各组分浓度。苯扎氯铵的液相色谱二极管阵列(LC-DAD)光谱图和色谱图参见附录 A。

7.4 空白试验

除不称取样品外,均按上述测定条件和步骤进行。

8 结果计算和表示

8.1 计算

样品中 3 种苯扎氯铵质量浓度分别按式(1)计算,总含量按式(2)计算:

$$w_i = (c_i - c_0) \times \frac{V}{m \times 10^6} \times f \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$w = \sum w_i \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- w ——样品中被测组分的总含量,%;
- w_i ——样品中被测组分 i 的含量,%;
- c_i ——试样中被测组分 i 的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- c_0 ——空白试验溶液的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——试样溶液的定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量,单位为克(g);
- f ——稀释倍数。

8.2 结果表示

以 2 次测定结果的算术平均值为最终结果,当总含量大于或等于 1% 时,计算结果按 GB/T 8170 规定的方法保留至小数点后一位;当含量小于 1% 时,计算结果按 GB/T 8170 规定的方法保留两位有效数字;低于测定检出限时,试验结果为“未检出”。

9 检出限和定量限

检出限均为:5 mg/kg,定量限均为:10 mg/kg。

10 回收率和精密度

在添加 20 mg/kg~100 mg/kg 范围内,回收率范围在 90%~110% 之间,相对标准偏差不超过 5%。

11 允许差

重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 10%。

附 录 A

(资料性)

苯扎氯铵的液相色谱二极管阵列(LC-DAD)典型光谱图和色谱图

苯扎氯铵的液相色谱二极管阵列(LC-DAD)典型光谱图见图 A.1, 色谱图见图 A.2。

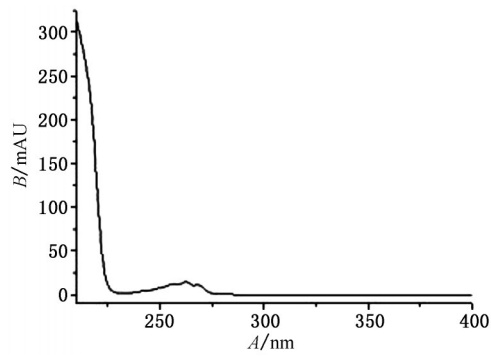
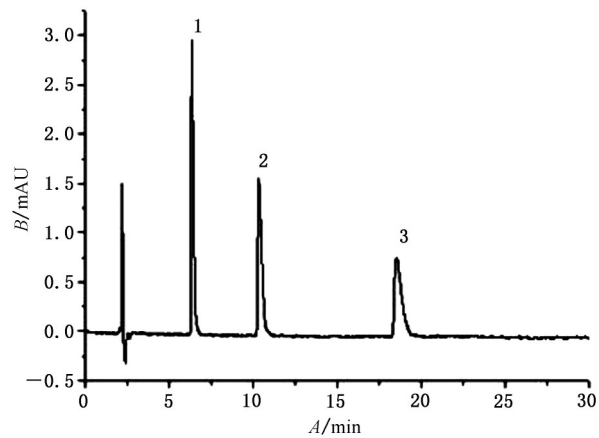


图 A.1 苯扎氯铵的 DAD 典型光谱图



标引序号说明：

1——十二烷基二甲基苄基氯化铵；

2——十四烷基二甲基苄基氯化铵；

3——十六烷基二甲基苄基氯化铵。

图 A.2 苯扎氯铵 3 种组分的 LC-DAD 典型色谱图