

# 反相高效液相色谱法测定消毒剂中三氯羟基二苯醚

张文娟,黄百芬

(浙江省疾病预防控制中心,浙江 杭州 310009)

**摘 要:**本文用 HPLC 法对消毒剂中三氯羟基二苯醚含量进行测定,样品经 80% 甲醇水溶液稀释,用 ODS  $C_{18}$  柱进行分离,以甲醇:水(80:20)为流动相,紫外 280 nm 检测,回收率在 98% ~ 102%,相对标准偏差(CV)为 0.47%,最低检出浓度为 7.0 mg/kg,线性范围为 5 ~ 200  $\mu\text{g/mL}$ ,相关系数为 0.999。

**关键词:**反相高效液相色谱;消毒剂;三氯羟基二苯醚

中图分类号:O658

文献标识号:A

文章编号:1671-8798(2003)S0-0100-03

三氯生,化学名为 2,4,4'-三氯-2'-羟基二苯醚,是目前最为流行的广谱高效消毒剂,具有广谱杀菌,持久抗菌,有效抑制各种传染病的病原入侵的功能,并具有滋润皮肤、清洁皮肤的作用。

近年来,随着生活水平的提高,人们对环境卫生、公共场所以及个人卫生消毒意识加强。特别是前段时间受传染性非典疫情的威胁,人们对以三氯羟基二苯醚主要功效成分的消毒产品的需求量日益增加,因此,各种品牌的抗菌消毒产品纷纷上市。为了保证产品质量以及使用效果,应该对此类产品的质量进行监督,但是,到目前为止,未见有标准的检测方法。我们采用反相高效液相色谱法(HPLC)测定三氯羟基二苯醚的含量,实验结果表明,本方法是一个易操作,重现性好,快速的测定方法。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

美国贝克曼高效液相色谱仪(包括 126 双泵,166 紫外分光检测器和电脑控制系统),日本岛津 UV-240 紫外分光光度计,KQ 3200 E 医用超声清洗器,电子天平:LIBROR AEG-220。所用甲醇为 HPLC 级,水为超纯水。

**标准液配制:**准确称取三氯羟基二苯醚标准品 100 mg,用甲醇溶解并定容至 100 mL,是为标准储备液(1.0 mg/mL)。分别吸取 1.0 mg/mL 的三氯羟基二苯醚标准储备液 50,100,200,500,1000,2000  $\mu\text{L}$  于 10 mL 容量瓶中,用流动相定容至刻度,所得浓度依次为 5,10,20,50,100,200  $\mu\text{g/mL}$ 。

### 1.2 试验方法

**1.2.1 色谱条件:**色谱柱:迪马公司 ODS  $C_{18}$  (250 mm  $\times$  4.6 mm, 5  $\mu\text{m}$ );流动相:甲醇:水(80:20),流速 1.5 mL/min;检测波长:280 nm,进样量:20  $\mu\text{L}$ 。

**1.2.2 样品测定:**准确称取混匀样品 0.5 ~ 5.0 g 于 50 mL 容量瓶中,用流动相稀释溶解,超声振提 10 min,定容至刻度,经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后,直接进样。同时标准液进样,仪器自动记录,样品试液浓度计算而得。

### 1.2.3 计 算

收稿日期:2003-10-10

作者简介:张文娟(1975—),女,工程师,浙江人,主要从事食品及药物分析方法的研究。

$$\text{三氯羟基二苯醚含量 (g/100 g)} = \frac{C \times V \times 100}{W \times 1000 \times 1000}$$

C—测得样液浓度,  $\mu\text{g/mL}$ , V—样液定容体积, mL, W—样品重量, g

## 2 结果与讨论

### 2.1 测定波长的选择

配制  $50 \mu\text{g/mL}$  浓度的三氯羟基二苯醚标准溶液, 经紫外分光光度计扫描, 其最大吸收波长为  $280 \text{ nm}$ 。扫描图见图 1。

### 2.2 标准曲线与最低检出浓度

配制  $5, 10, 20, 50, 100, 200 \mu\text{g/mL}$  不同浓度的三氯羟基二苯醚标准溶液, 依次进样后作出标准曲线图。结果表明在上述浓度范围内线性良好, 相关系数为  $0.999$ , 见图 2、图 3。最低检出浓度以 3 倍噪信比计, 若取  $3 \text{ g}$  样品, 其最低检出浓度为  $7.0 \text{ mg/kg}$ 。

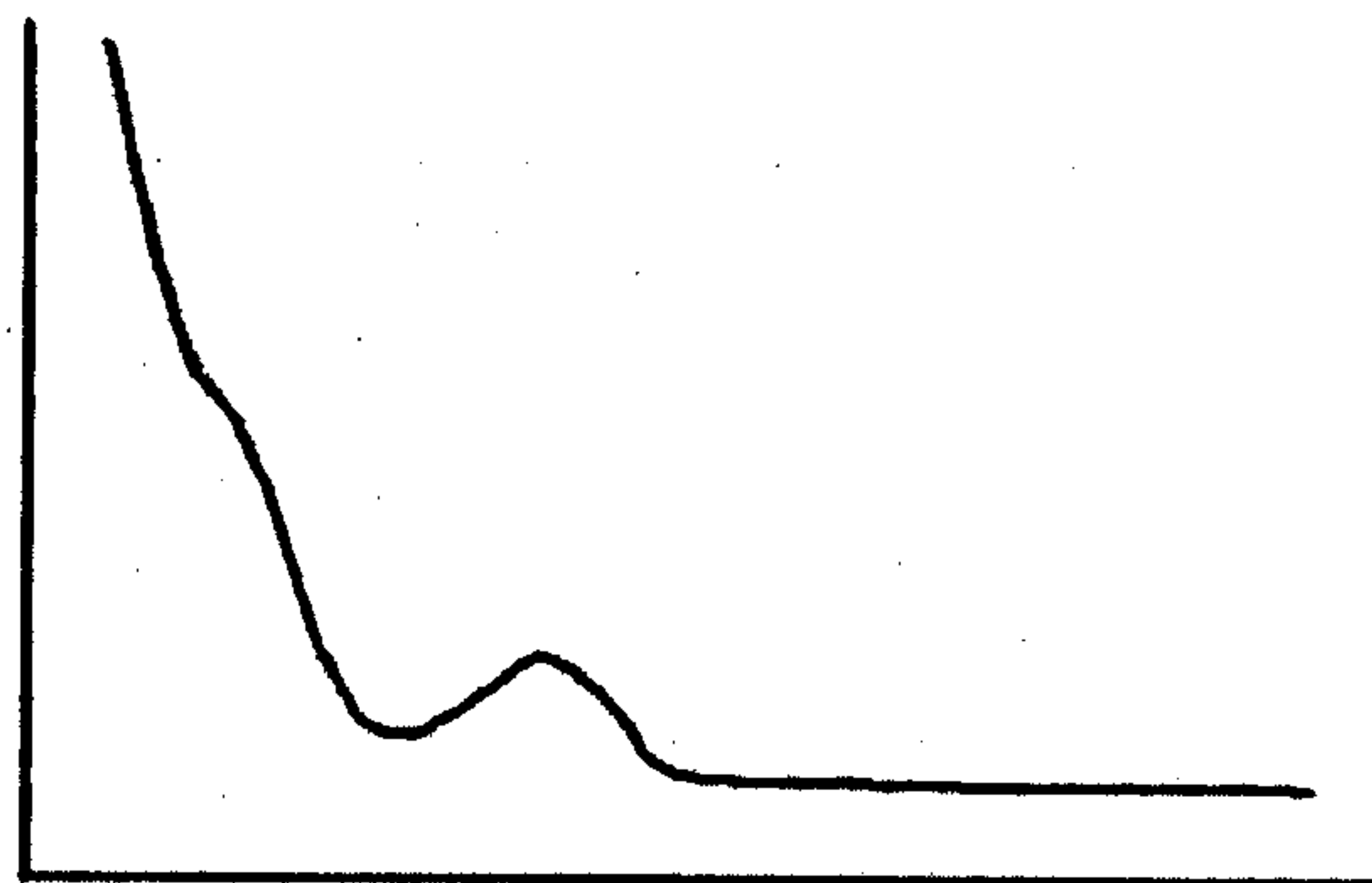


图 1 三氯羟基二苯醚标准溶液最大吸收波长的扫描图

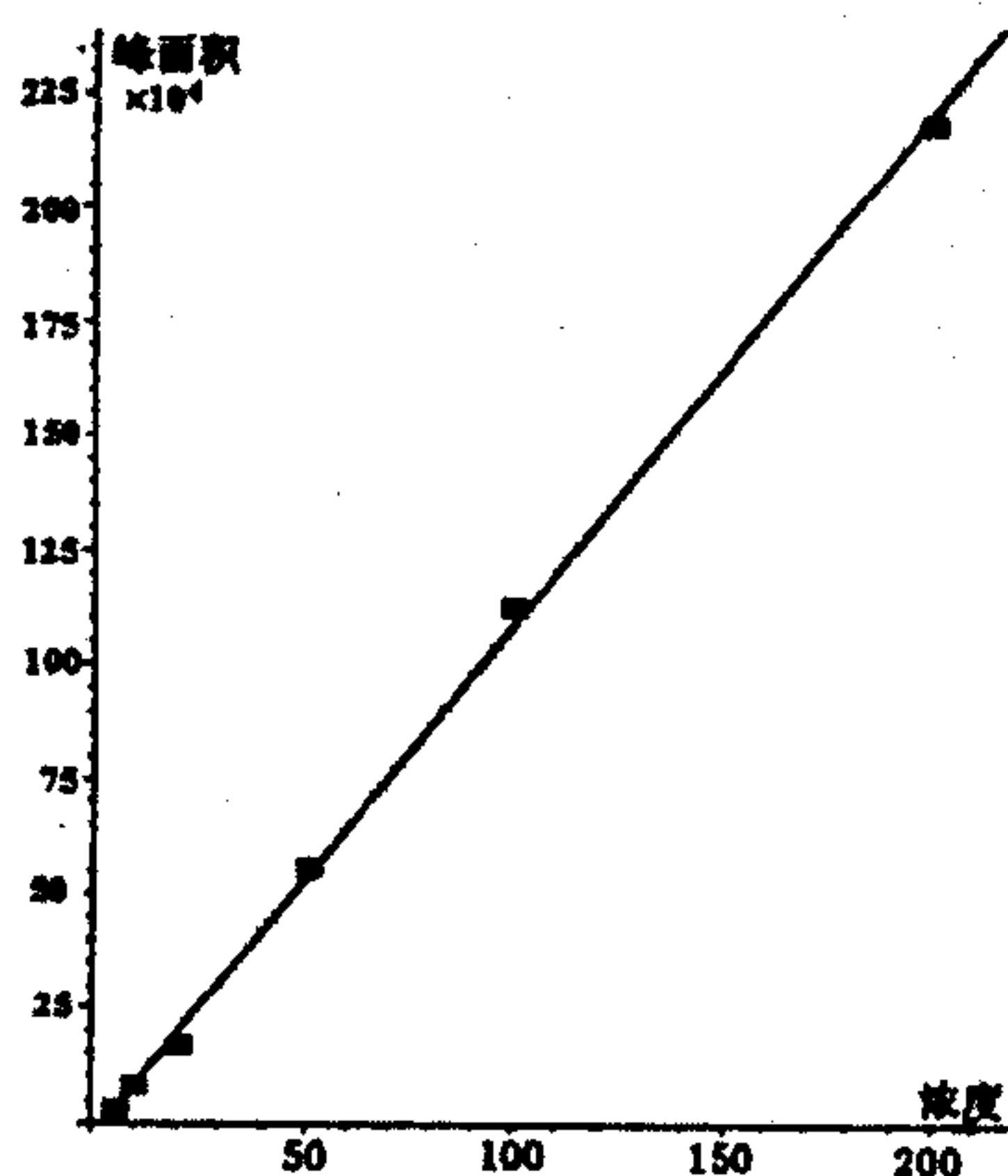


图 2 标准曲线图

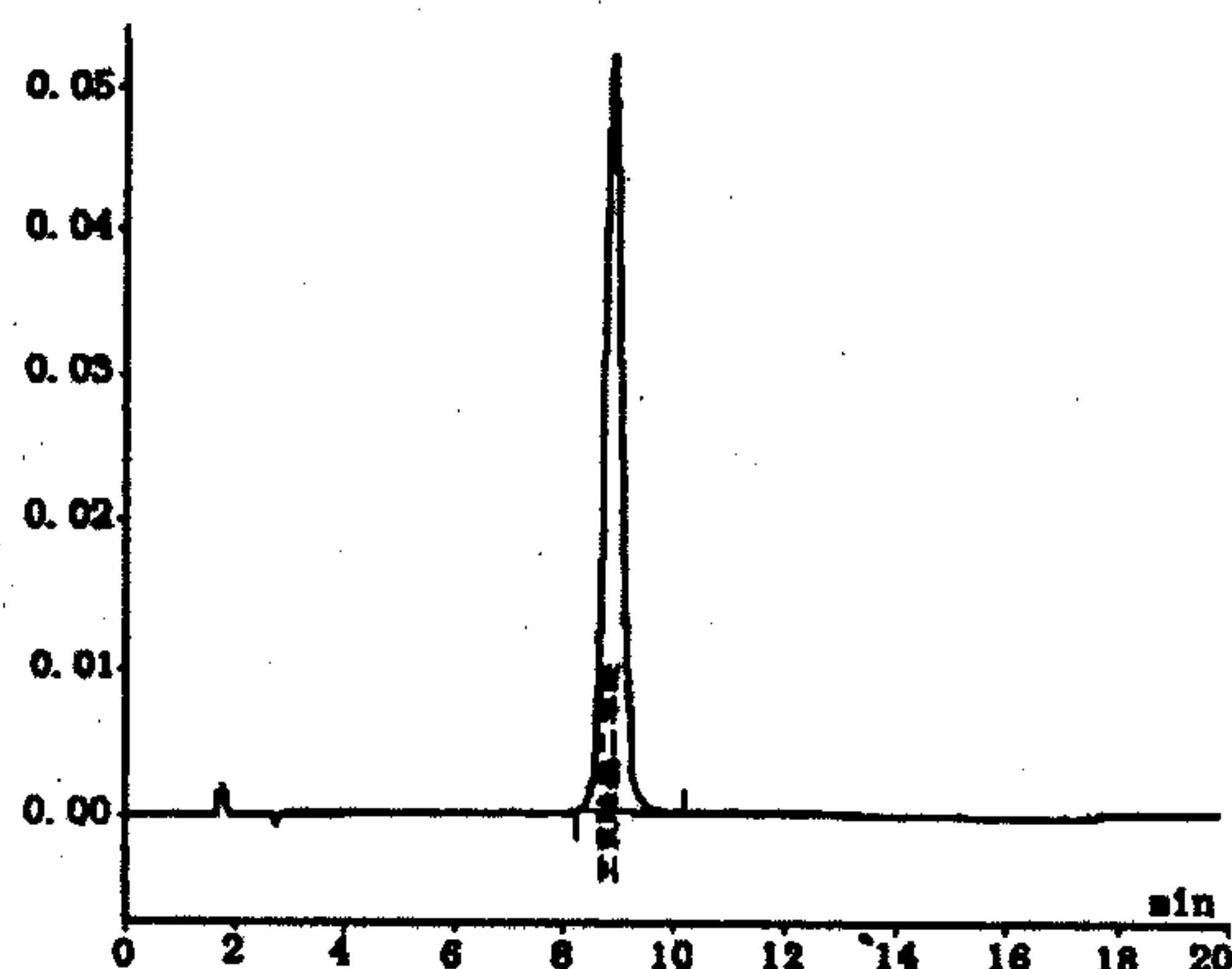


图 3 标准色谱图

### 2.3 方法精密度

选用舒达宁洁手露消毒剂作为方法精密度和回收率实验的样品, 分别称取  $3 \text{ g}$  样品六份, 用流动相定容至  $50 \text{ mL}$ , 在同一条件下, 经超声萃取, 离心过滤后进样分析, 得各样液平均含量为  $194.5 \mu\text{g/g}$ , 其相对标准偏差为  $0.47\%$ 。色谱图见图 4。

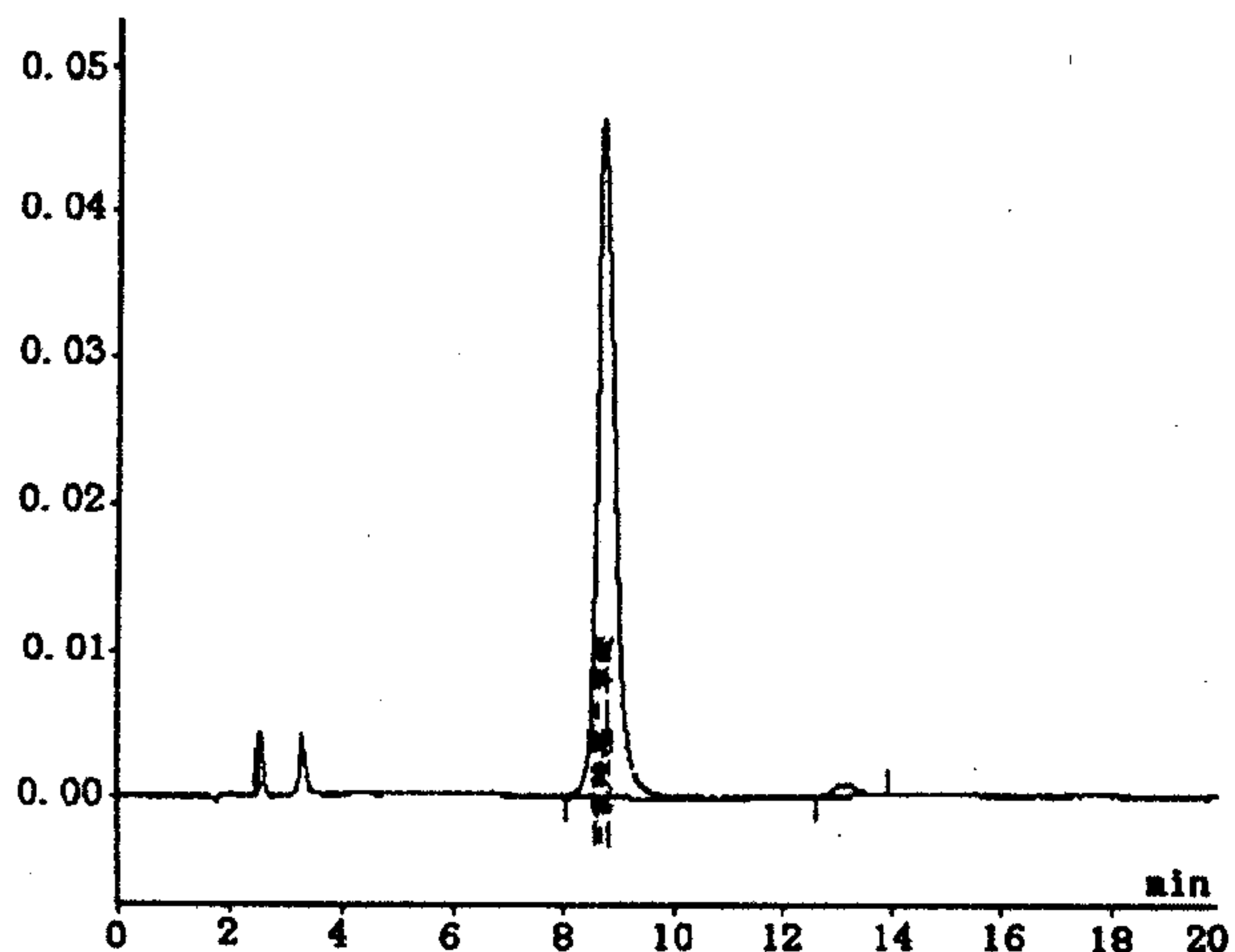


图 4 舒达宁洁手露色谱图

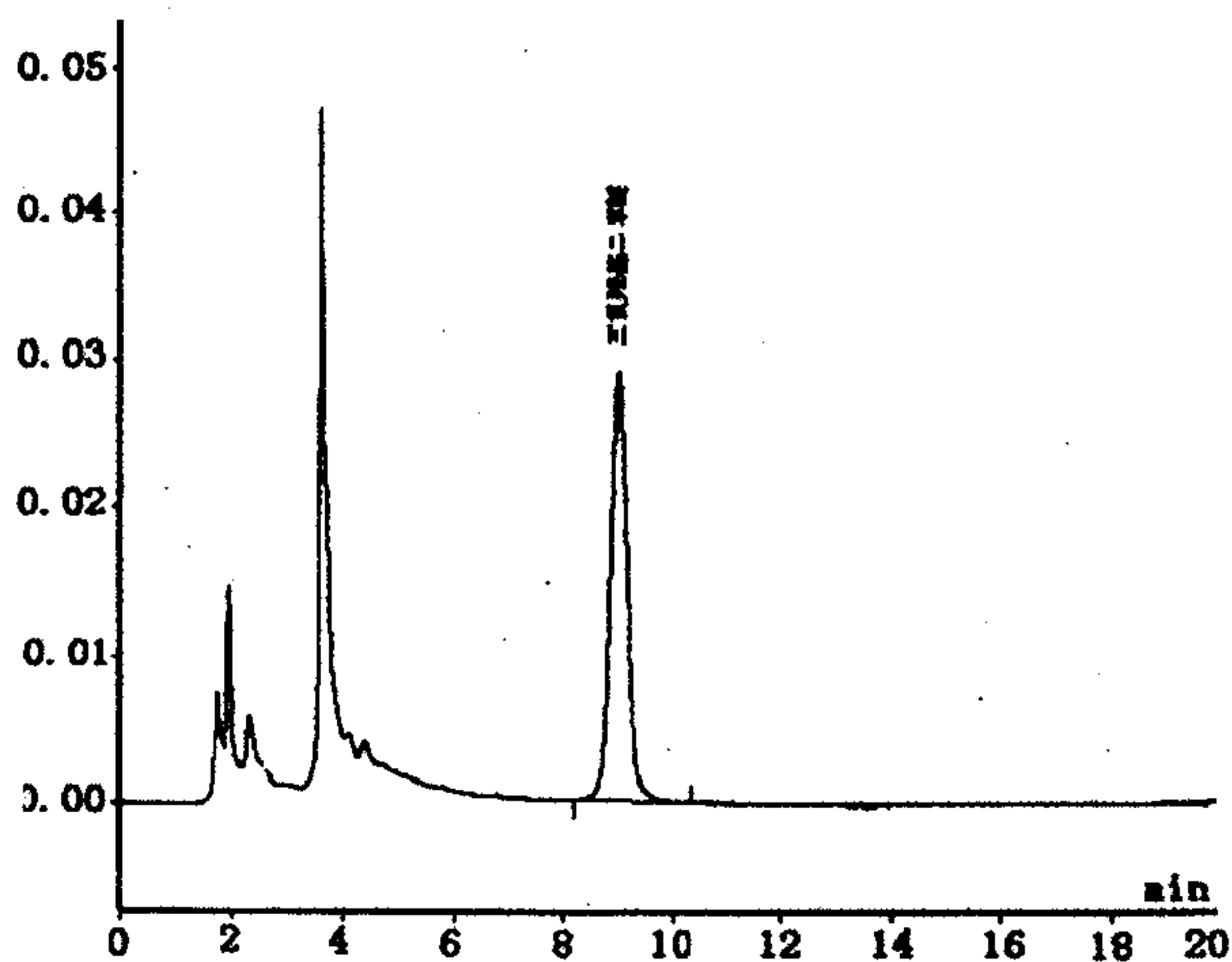


图 5 雕牌全效洗洁精 I 色谱图



2.4 方法回收率

准确称取舒达宁(r)洁手露消毒剂样液三份,加适量标准,在同一条件下经超声萃取,离心过滤后进样分析得回收率为 98 ~ 102 %。见表 1。

表 1 方法的回收率

样品号	称 量 /g	样品加标准后含量 /μg	样品本底含量 /μg	标准添加量 /μg	回收量 /μg	回收率 /%
1	0.551 8	208 5	107 2	100 0	101 3	101
2	0.553 0	206 0	107 6	100 0	984	98
3	1.024 0	403 3	199 2	200 0	204 1	102

2.5 实际样品测定

用本法对某些消毒产品进行了检测,结果满意并具有适用范围广的特点。

3 小 结

用 HPLC 法对消毒剂中三氯羟基二苯醚含量进行测定,样品用 80 % 甲醇水溶液稀释经 0.45 μm 滤膜过滤后,直接进样,选用 ODS C<sub>18</sub>(250 mm × 4.6 mm, 5 μm) 高效柱,以甲醇:水(80:20)作为流动相,流速 1.5 mL/min,在 280 nm 波长检测,根据色谱保留时间定性,外标法峰面积定量。经测定,回收率在 98 % ~ 102 %,相对标准偏差为 0.47 %,最低检出浓度为 7.0 mg/kg,线性范围为 5 ~ 200 μg/mL,相关系数为 0.999。结果表明:本方法对样品的前处理简单,精密度高,分离效果好,是一个易操作,重现性好,快速的测定方法。

表 3 各种样品测定结果

样品名称	三氯羟基二苯醚含量 (g/100g)
莱芳皮肤抗菌剂	0.217
洁触洗手液	0.218
风顺龙抗菌洗手液	0.149
家庭卫士口腔护理液	0.252
雕牌全效洗洁精 I	0.112

参考文献:

[1] 中华人民共和国卫生部 消毒技术规范[Z]. 北京:中华人民共和国卫生部 2002.

Detection of Trichlorohydroxydiphenylether  
in disinfectant with RP – HPLC

ZHANG Wen-juan, HUANG Bai-fen  
(Zhejiang center for disease prevention and control, HangZhou 310009, China)

**Abstract:** Trichlorohydroxydiphenylether in disinfectant was detected by HPLC. The ODS C<sub>18</sub> was used as separating column. Mobile phase was methanol solution (MeOH:H<sub>2</sub>O = 80:20), and the components was measured with UV – detector(280 nm). The method is satisfied: recovery = 98 ~ 102 %, CV = 0.47 %, MDA = 7.0 mg/kg. The linear range is 5 ~ 200 μg/mL and R = 0.999.