

定, 结果阴性样品溶液在与橙皮苷对照品相同保留时间处未出现色谱峰, 故认为无干扰。

3.3 本法操作简便, 测定结果准确可靠, 可用于本制剂中橙皮苷的含量测定。

参考文献

[1] 花仲卉, 刘炳茹, 侯奋争. HPLC测定保和丸中橙皮苷的含量

[J]. 中国中药杂志, 2004, 29(10): 1007-1008.

[2] Ch. P. (2005) Vol. I (中国药典 2005年版. 一部) [S]. 2005 136-137.

收稿日期: 2007-06-28

HPLC测定消毒液中苯扎溴铵

王黎霞¹, 陈卫平², 陈琴鸣² (1. 浙江青田县人民医院, 浙江 青田 323900; 2. 浙江丽水市食品药品检验所, 浙江 丽水 323000)

摘要: 目的 建立高效液相色谱测定消毒剂中苯扎溴铵含量的方法。方法 采用 Agilent XDB-C₁₈柱 (4.6 mm × 150 mm, 5 μm), 以 0.02 mol·L⁻¹庚烷磺酸钠溶液 (含 0.1% 三乙胺, 用磷酸调节 pH 至 3.45 ± 0.1)-乙腈 (35:65) 为流动相, 检测波长 262 nm, 柱温 30 °C。结果 苯扎溴铵浓度在 2.5~50 μg·mL⁻¹ 内线性关系良好 (r = 0.9999), 平均回收率 99.5%。结论 本方法灵敏、简便、准确。

关键词: 消毒液; 苯扎溴铵; 高效液相色谱; 测定

中图分类号: R917.101; R927.2; R979.7 文献标识码: B 文章编号: 1007-7693(2008)08-0707-02

Determination of Benzalkonium Bromide in Disinfectants by HPLC

WANG Lixia¹, CHEN Weiping², CHEN Qinming² (1. Qingtian People's Hospital, Qingtian 323900, China; 2. Lishui Institute for Drug Control, Lishui 323000, China)

ABSTRACT: OBJECTIVE To establish an HPLC method for the determination of benzalkonium bromide (BAB) in disinfectants. **METHODS** A C₁₈ column was used with the mobile phase of 0.02 mol·L⁻¹ sodium 1-heptanesulfate solution (containing 0.1% triethylamine, pH 3.45 ± 0.1)-acetonitrile (35:65) at the detection wavelength of 262 nm and the column temperature of 30 °C. **RESULTS** The calibration curve of BAC was linear in the concentration range of 2.5 - 50 μg·mL⁻¹ (r = 0.9999). **CONCLUSION** It was proved that the method was sensitive, simple and reliable. **KEY WORDS** benzalkonium bromide, disinfectant, HPLC, determination

苯扎溴铵 (新洁尔灭, BAB) 为阳离子表面活性消毒剂, 具有广谱杀菌力较强, 能杀灭多种细菌及真菌, 但对革兰阴性杆菌及肠道病毒作用弱, 对结核杆菌及芽孢无效。性质稳定, 无刺激性, 不损坏物品。BAB 溶液是医院最常用的器械消毒剂, 一般含 BAB 0.1%, 并含 0.5% 的亚硝酸钠 (作为金属防锈剂)^[1]。国家标准中 BAB 的含量测定方法为四苯硼钠法^[2], 文献报道还有酸性染料比色法^[3]、差示分光光度法^[4]、紫外光谱人工神经网络方法^[5]等。这些方法虽各具特色, 但仍存在一些不足之处, 如操作烦琐、结果重复性差等。国内用 HPLC 进行 BAB 含量测定未见报道, 笔者采用十八烷基硅烷键合硅胶柱, 流动相中加入庚烷磺酸钠为离子对试剂, 检测苯扎溴铵消毒液中 BAB 的含量, 方法快速、准确、重复性好。

1 仪器与试剂

Agilent 1200 型液相色谱仪, DAD 检测器; 乙腈为色谱

纯, 水为纯净水, 其余试剂为分析纯。BAB (上海经纬化工有限公司, 按药典法测定含量为 99.5%); 苯扎溴铵消毒液 (批号 071218, 080108, 080226, 青田县人民医院)。

2 方法与结果

2.1 色谱条件

色谱柱: Agilent XDB-C₁₈ 柱 (4.6 mm × 150 mm, 5 μm); 0.02 mol·L⁻¹ 庚烷磺酸钠溶液 (含 0.1% 三乙胺, 用磷酸调节 pH 至 3.45 ± 0.1)-乙腈 (35:65) 为流动相, 流速 1.0 mL·min⁻¹, 检测波长 262 nm, 柱温 30 °C, 进样量 5 μL。

2.2 对照品溶液的制备

精密称取 BAB 0.10012 g 置 100 mL 量瓶中, 加水并定容, 摇匀。精密量取 5 mL 置 100 mL 量瓶中, 加水至刻度, 摇匀, 即得。

2.3 供试品溶液的制备

精密量取消毒剂 5 mL, 置 100 mL 量瓶中, 加水至刻度,

摇匀, 即得。

2.4 阴性供试品溶液的制备

按文献^[1]方法制备, 不加 BAB。

2.5 阴性对照试验

分别精密吸取对照品溶液、供试品溶液和阴性供试品溶液各 5 μ L 注入液相色谱仪中, 记录色谱图, 阴性供试品在 BAB 相应的保留时间处无干扰。色谱图见图 1。

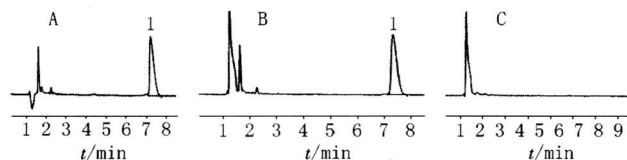


图 1 对照品溶液、苯扎溴铵消毒液和阴性对照溶液液相色谱图

A - 对照品溶液; B - 供试品溶液; C - 阴性对照溶液

Fig 1 HPLC chromatograms of reference substance, sample and sample without BAB

A - reference substance; B - sample; C - sample without BAB

2.6 线性关系考察

精密吸取对照品溶液 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 10 mL 分别置 10 mL 量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀; 按“2.1”项下条件测定。以峰面积 (A) 为纵坐标, BAB 浓度 (C) 为横坐标进行线性回归, 得回归方程为 $A = 971.0088C + 1.623243$, $r = 0.9999$, 表明 BAB 浓度在 2.5 ~ 50 μ g \cdot mL⁻¹ 内线性关系良好。

2.7 重复进样精密度试验

精密吸取供试品溶液 (批号 071218), 按“2.1”项下条件测定, 重复进样 6 次, 测定 BAB 峰面积, 结果 RSD 为 0.85%。

2.8 稳定性试验

取同一批供试品溶液, 分别于 2, 6, 12, 24 h 进样测定, 结果峰 1 峰面积的 RSD 为 0.50%。

2.9 重复性试验

精密量取同一样品 5 份, 按上述测定法操作, 测得含量的平均值分别为 100.1%, RSD 为 0.24%。

2.10 回收率试验

按 BAB 以处方量的 80%、100% 和 120% 配制制成模拟样品, 各三份, 按“2.3”项下操作后, 并按上述色谱条件测定, 结果 BAB 的平均回收率 99.5%, RSD 为 0.87% ($n = 9$)。

2.11 样品测定

取三个不同批号的消毒液, 采用上述方法测定, 结果分别为标示量的: 100.1%、99.8%、99.6%; 同时, 按文献^[1]方法进行测定比较, 结果分别为标示量的: 99.9%、99.6%、99.7%, 结果一致。

3 讨论

3.1 取消毒液, 以水为空白, 在 210 ~ 280 nm 扫描, 结果在 220 nm 和 262 nm 的波长处有最大吸收, 为避免溶剂干扰, 检测波长选 262 nm。

3.2 测定 BAB 含量的方法通常用四苯硼钠法, 该法准确度高, 测定其含量时, 因 BAB 浓度甚低, 取样量较大且须先将样品浓缩, 测定步骤较长 (滴定液临用时须重新标定), 较为烦琐, 不易操作, 且检验成本较高。一般紫外分光光度法因 BAB 紫外吸收甚低, 故误差较大; 而碘离子络合—分光光度法所用标准液稳定性较差, 须临用前配制。与上述方法相比, 本文的方法快速、准确、重复性好。

3.3 BAB 溶液在稀释或振摇时极易产生泡沫, 故纯化水应沿瓶壁缓缓加入, 取样时也应将吸管插入药液中, 以免吸入气泡影响测定。

3.4 分别用冰乙酸和磷酸调节流动相的 pH, 前者出现了比较明显的溶剂倒峰, 且基线漂移, 而采用后者则无溶剂倒峰, 基线平稳。故本法选用磷酸调节。峰 1 的保留时间随离子对试剂碳链的增长而增加, 故本法选择了碳链长度适宜的庚烷磺酸钠作为离子对试剂。

3.5 BAB 为溴化二甲基苄基铵的混合物, 主要差别在于烷基的不同, 有消毒作用的主要为 C₁₂, 据报道^[6], 样品中主要含 C₁₂ 同系物。本文用不同色谱柱 Agilent XDB-C₁₈ 柱 (4.6 mm \times 150 mm, 5 μ m)、Phenomenex Luna C₁₈ 柱 (4.6 mm \times 150 mm, 5 μ m) 及不同流动相比例, 进行了考察, 均为单一峰。

参考文献

- [1] Medicine Certificate Bureau of China's Ministry of Health of the People's Republic of China Chinese Hospital Preparation Standards (Western Medicines) (中国医院制剂规范) [M]. 2nd ed. Beijing: Chinese Medical Science and Technology Press, 1995: 21-31.
- [2] Ch. P (2005) Vol II (中国药典 2005 年版. 二部) [S]. 2005: 316-317.
- [3] WANG J L, LI H, HUANG R. Colorimetry determination of content dile benzalkonium bromidesolution by acidic stain [J]. Central South Pharm (中南药学), 2004, 2(5): 304-305.
- [4] LIU J D, GOU L Y, WANG Z L, et al. Determination of benzalkonium bromide in the disinfectant solution by difference spectrophotometry [J]. West Chian J Pharm Sci (华西药学杂志), 2002, 17(2): 139.
- [5] YAN Z Y, JIANG X M, WANG Z H. Determination of liquor benzalkonium bromide contents by B method in UV spectrum [J]. Chin J Mod Appl Pharm (中国现代应用药学), 2000, 17(2): 132.
- [6] KUCA K, BELAVSKA M, CABAL J et al. Determination of Benzalkonium Bromide homologues in Disinfection Products Using High-Performance Liquid Chromatography [J]. Anal Lett, 2005, 38(4): 673-682.

收稿日期: 2008-05-05