



中华人民共和国国家标准

GB/T 26369—2020
代替 GB/T 26369—2010

季铵盐类消毒剂卫生要求

Hygienic requirement for quaternary ammonium disinfectant

2020-06-02 发布

2020-12-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 26369—2010《季铵盐类消毒剂卫生标准》。本标准与 GB/T 26369—2010 相比，主要技术变化如下：

- 修改了规范性引用文件(见第 2 章,2010 年版的第 2 章)；
- 修改了“季铵盐类消毒剂”“氯型季铵盐”的定义(见 3.1、3.2,2010 年版的 3.1、3.2)；
- 删除了“清洁对象”“污染对象”“清洁条件”和“污染条件”术语和定义(见 2010 年版的第 3 章)；
- 修改了原料要求(见第 4 章,2010 年版的第 4 章)；
- 删除了性状要求(见 2010 年版的 5.1)；
- 修改了理化指标和杀灭微生物指标(见 5.1、5.2,2010 年版的 5.2、5.4)；
- 修改了检验方法(见第 10 章,2010 年版的第 8 章)。

本标准由中华人民共和国国家卫生健康委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国人民解放军空军特色医学中心、中国疾病预防控制中心环境与健康相关产品安全所、江苏省疾病预防控制中心、中国人民解放军总医院第一医学中心、北京市疾病预防控制中心、浙江省疾病预防控制中心、中国人民解放军总医院第四医学中心、深圳市疾病预防控制中心、中国人民解放军疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：曹晋桂、张流波、徐燕、刘运喜、丁晓静、胡国庆、蒋伟、朱子犁、李炎、沈瑾、何晓锋、崔霞、帖金凤、郭春林、刘颀、王忠权、王洪波、骆艳燕、周海林、王巧燕。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 26369—2010。

季铵盐类消毒剂卫生要求

1 范围

本标准规定了季铵盐类消毒剂的原料要求、技术要求、应用范围、使用方法、包装、运输和贮存、标识要求和检验方法。

本标准适用于以氯型季铵盐或溴型季铵盐为主要杀菌有效成分的季铵盐类消毒剂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 191 包装储运图示标志

GB/T 6368 表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

中华人民共和国药典 (二部、四部,2015 年版)

消毒技术规范(2002 年版)[卫生部(卫法监发〔2002〕282 号)]

消毒产品生产企业卫生规范(2009 年版)[卫生部(卫监督发〔2009〕53 号)]

化妆品安全技术规范(2015 年版)(国家食品药品监督管理总局〔2015〕268 号公告)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

季铵盐类消毒剂 **quaternary ammonium disinfectant**

以氯型季铵盐或溴型季铵盐为主要杀菌有效成分的消毒剂,包括单一季铵盐组分的消毒剂以及由季铵盐组分为主要杀菌成分的复配消毒剂。

3.2

氯型季铵盐 **quaternary ammonium chloride**

由 C₈~C₁₈ 的脂肪链(单链或双链)、甲基(或苄基、乙基苄基)组成的氯化季铵盐及由松宁基、二甲基、苄基组成的氯化苄铵松宁(又称苄索氯铵或氯化苄乙氧铵)。

3.3

溴型季铵盐 **quaternary ammonium bromide**

由 C₈~C₁₈ 的脂肪链(单链或双链)、甲基(或苄基、乙基苄基)组成的溴化季铵盐。

4 原料要求

4.1 医药级,季铵盐含量 $\geq 70\%$,游离胺含量 $\leq 2.0\%$ 。

4.2 配方中其他原料应有相应的质量控制标准,并符合《消毒产品生产企业卫生规范》(2009 年版)的要求。

4.3 生产用水应符合《消毒产品生产企业卫生规范》(2009年版)的要求。

5 技术要求

5.1 理化指标

5.1.1 理化指标

理化指标应符合表1的规定。

表1 理化指标

项目		指标
pH值		4~12,标识中心值±1
有效成分含量		标识中心值±10%
铅(以Pb计)、砷(以As计)	食品加工设备与器皿消毒	铅≤30 mg/kg,砷含磷酸盐≤5 mg/kg,不含磷酸盐≤3 mg/kg
铅(以Pb计)、汞(以Hg计)、砷(以As计)	手、皮肤、黏膜消毒	铅≤10 mg/kg,汞≤1 mg/kg,砷≤2 mg/kg

5.1.2 稳定性

有效期≥12个月。储存期间有效成分含量下降率≤10%,且有效含量应不低于标签说明书中标识量的下限值。

5.2 杀灭微生物指标

根据标签说明书标注的使用剂量、杀灭微生物类别和使用范围进行相应的指示微生物试验,具体定量杀菌试验方法按照《消毒技术规范》(2002年版),其杀菌效果应符合表2要求。

表2 杀灭微生物指标

指示菌(毒)株	杀灭对数值	
	悬液法	载体法
大肠杆菌(8099)	≥5.00	≥3.00
金黄色葡萄球菌(ATCC6538)	≥5.00	≥3.00
铜绿假单胞菌(ATCC15442)	≥5.00	≥3.00
白色念珠菌(ATCC10231)	≥4.00	≥3.00

模拟现场试验和现场试验二者选一,模拟试验选择所用指示微生物应按适用范围选择抗力最强指示微生物进行试验,杀灭对数值≥3.00;现场试验自然菌杀灭对数值≥1.00。

具有持续消毒效果的产品应开展持续杀菌试验,持续杀菌试验的指示菌应选用金黄色葡萄球菌和大肠杆菌,满足标签说明书标称的持续杀菌时间内符合相应的杀灭对数值的要求。

6 应用范围

季铵盐类消毒剂适用于：

- 一般物体表面与医疗器械表面的消毒；
- 织物的消毒；
- 外科手消毒、卫生手消毒、皮肤与黏膜的消毒；
- 食品加工设备与器皿的消毒，但不适用于瓜果蔬菜的消毒。

7 使用方法

采用擦拭、浸泡、冲洗、喷洒、泡沫滞留等方法进行消毒。

8 包装、运输和贮存

8.1 包装

包装标志应符合 GB/T 191 的要求。

8.2 运输

运输产品时应防晒、防雨、防潮。装卸要轻拿轻放，严禁抛掷。不应与有毒、有害、有异味或影响产品质量的物品混装运输。

8.3 贮存

室温干燥避光保存。

9 标识要求

9.1 标识应符合消毒产品标签说明书有关规范和标准的要求。

9.2 外用消毒剂，不得口服。置于儿童不易触及处。

9.3 避免接触有机物和拮抗物。不能与肥皂或其他阴离子洗涤剂同用，也不能与过氧化物（如过氧化氢）、高锰酸钾、磺胺粉等同用。

9.4 用于织物的消毒时应注意吸附作用的影响。

10 检验方法

10.1 游离胺的检验方法



按照《中华人民共和国药典》(二部, 2015年版)执行。

10.2 pH 的检验方法

按照 GB/T6368 执行。

10.3 有效成分含量的检验方法

10.3.1 仪器分析法

当原料、单方或复方化学消毒剂中季铵盐种类不明确或复方化学消毒剂中存在基体干扰时,应采用基于先分离后定量的色谱法,以获得准确可靠的定量分析结果,见附录 A 中 A.1~A.3。

10.3.2 滴定法

单方化学消毒剂中季铵盐含量大于 1%时应采用滴定法,见 A.4。

10.4 铅、汞、砷限量的检验方法

按照《化妆品安全技术规范》(2015 年版)的检验方法。

10.5 稳定性的检验方法

按照《消毒技术规范》(2002 年版)的检验方法。

10.6 杀灭微生物效果的检验方法

按照《消毒技术规范》(2002 年版)的检验方法。

附 录 A (规范性附录)

季铵盐类消毒剂有效成分含量检测方法

A.1 方法一：高效液相色谱法测定氯化苄铵松宁(苄索氯铵)

A.1.1 方法原理

苄索氯铵在水溶液中带正电,在 270 nm~277 nm 波长处有特征紫外吸收。在常用 C₁₈ 反相色谱柱有保留行为,并与样品中的其余组分进行分离。采用二极管阵列检测器对其进行检测,峰面积与组分质量浓度成正比,采用峰面积外标法定量。

A.1.2 适用范围

本方法适用于原料、单方及复方化学消毒剂中苄索氯铵的测定。方法检出限:2 mg/L。

A.1.3 仪器设备

高效液相色谱仪配备二极管阵列检测器;分析天平;涡旋振荡器。

A.1.4 试剂

除特殊说明外,所用试剂均为分析纯;实验用水符合 GB/T 6682—2008 三级水的规格(蒸馏水或去离子水或相当纯度的水)。乙腈(色谱纯)、乙酸铵、冰乙酸(17.4 mol/L,≥99.8%)。

A.1.5 标准品

苄索氯铵(99%)。

A.1.6 色谱条件

色谱条件包括:

- 色谱柱:C₁₈(4.6 mm×250 mm, 5 μm);
- 流动相:V(乙腈):V[20 mmol/L NH₄Ac(冰乙酸 pH 4.16)]=70:30;
- 流速:1.0 mL/min;
- 检测波长:270 nm;
- 柱温:30 ℃;
- 进样量:10 μL。

A.1.7 操作步骤

A.1.7.1 流动相的配制:称 0.771 g NH₄Ac,置于 500 mL 具塞量筒中,加入少量水溶解后再加入 2 mL 冰乙酸,混匀,用水稀释定容至 500 mL 刻度,混匀。此溶液 pH 为 4.16。

A.1.7.2 标准储备液的配制:称取在 105 ℃干燥 2 h 的苄索氯铵标准品 20 mg,用水溶解,再用水稀释定容至 10 mL,得 2.0 g/L 标准储备液。

A.1.7.3 标准系列的配制:分别移取 0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL 和 1.0 mL 储备液,置于 10 mL 容量瓶中,用水稀释、定容至刻度,摇匀后备用,则相应工作液质量浓度分别为 40 mg/L、80 mg/L、

120 mg/L、160 mg/L、200 mg/L。

A.1.7.4 标准曲线的制作:将苜蓿素氯铵标准系列按质量浓度由低至高的顺序,在规定的液相色谱仪器条件下,测定其响应值。以工作液质量浓度为横坐标,相应峰面积为纵坐标制作标准曲线。

A.1.7.5 样品处理:移取适量液体(或称取适量黏稠液体)样品,置于 10 mL 容量瓶中,用水稀释定容,经 0.45 μm 滤膜过滤。

A.1.7.6 待仪器稳定后,在给定的仪器条件下,将处理好的样品依次注入色谱柱。

A.1.8 含量计算

苜蓿素氯铵含量按式(A.1)计算:

$$X = \frac{\rho \times V}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

X —— 苜蓿素氯铵含量,单位为克每千克(g/kg)或克每升(g/L);

V —— 样品定容体积,单位为毫升(mL);

ρ —— 通过标准曲线计算的上样液中苜蓿素氯铵的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m —— 取或称样量,单位为毫升(mL)或克(g)。

A.1.9 精密度

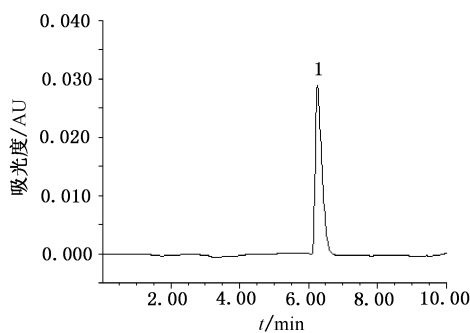
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 5%。

A.1.10 注意事项

遇到有基体干扰的样品,可换用分离柱效比高效液相色谱高 2~3 个数量级的 A.4 高效毛细管电泳法。

A.1.11 色谱图和紫外吸收光谱图

色谱图和紫外吸收光谱图见图 A.1 和图 A.2。



说明:

1——200 mg/L 苜蓿素氯铵。

图 A.1 苜蓿素氯铵标准溶液色谱图

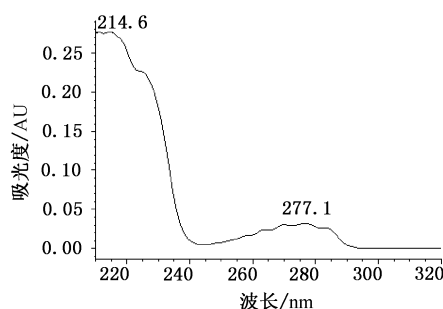


图 A.2 苄索氯铵的紫外吸收光谱图

A.2 方法二：高效毛细管电泳法测定苯扎氯铵（洁尔灭）

A.2.1 方法原理

苯扎氯（或溴）铵属阳离子表面活性剂，分别在 214 nm 和 262 nm 有紫外吸收。样品从正极进样后，以高压直流电场为驱动力、石英毛细管为分离通道，在 pH 2.1 的分离缓冲溶液中，苯扎氯铵带正电，三种同系物（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）因淌度差异，相互分离且与样品基体分离，并迁移至负极进行紫外检测。校正峰面积与组分质量浓度成正比，采用校正峰面积外标法定量。

A.2.2 适用范围

苯扎氯铵和苯扎溴铵的阳离子部分是相同的，本方法适用于原料、单方和复方化学消毒剂中苯扎氯铵含量的测定，也适用于苯扎溴铵含量的测定，还适用于醋酸洗必泰与苯扎氯铵或苯扎溴铵复配的复方化学消毒剂中这些物质的同时测定。三种同系物的检出限均为 0.5 mg/L。醋酸洗必泰的检出限为 0.3 mg/L。

A.2.3 仪器设备

毛细管电泳仪，配备紫外(UV)或二极管阵列(PDA)检测器；分析天平；涡旋振荡器。

A.2.4 试剂与材料

A.2.4.1 除特殊说明外，所用试剂均为分析纯。实验用水符合 GB/T 6682—2008 三级水的规格（蒸馏水或去离子水或相当纯度的水）。无水磷酸二氢钠、磷酸（14.6 mol/L，85%）、冰乙酸（17.4 mol/L，≥99.8%）、氢氧化钠（优级纯）、乙腈（色谱纯）、甲醇（色谱纯）。

A.2.4.2 标准品：十二烷基二甲基苄基氯化铵（C₁₂-BAC，≥99%）、十四烷基二甲基苄基氯化铵（C₁₄-BAC，99%）、十六烷基二甲基苄基氯化铵（C₁₆-BAC，≥97%）。

A.2.4.3 石英毛细管：内径 50 μm，外径 365 μm。

A.2.5 毛细管电泳条件

A.2.5.1 石英毛细管：30.2 cm（有效长度 20 cm）× 50 μm（内径）；分离电压：11 kV；检测波长：214 nm；进样压力：3.448 kPa；操作温度：25 ℃；压力进样，时间为 5 s。

A.2.5.2 分离缓冲溶液：62.5 mmol/L 磷酸二氢钠 + 62.5 mmol/L 磷酸（pH 2.1），含 40% 乙腈。

A.2.5.3 样品提取或稀释液：V（50 mmol/L 乙酸）：V（乙腈）= 1：1。

A.2.5.4 50 mmol/L 乙酸：吸取 144 μL 冰乙酸，置于 50 mL 具塞带刻度塑料离心管中，用水稀释定容

至 50 mL 刻度,摇匀。

A.2.5.5 新石英毛细管的预处理:新的石英毛细管依次用 1 mol/L 氢氧化钠冲洗 20 min、水冲洗 5 min、分离缓冲溶液冲洗 5 min。每次进样前分别用 1 mol/L 氢氧化钠、水及分离缓冲溶液冲洗 2 min、2 min、2 min。为得到较好的数据,应弃去最初几针的数据,待得到较稳定的迁移时间后,方能进样测定。

A.2.5.6 1 mol/L 氢氧化钠水溶液配制:称取 2.0 g NaOH 固体,置于已加少量水的 50 mL 具塞带刻度塑料离心管中,振摇溶解,加水至 50 mL 刻度。

A.2.6 分离缓冲溶液配制方法

A.2.6.1 储备液的配制:0.5 mol/L 磷酸:1.71 mL 磷酸于 50 mL 具塞带刻度塑料离心管中,用水稀释定容至 50 mL 刻度,摇匀;0.5 mmol/L NaH₂PO₄:称取 3.0_g 无水磷酸二氢钠置于 50 mL 具塞带刻度塑料离心管中,加入 50 mL 水溶解、摇匀。

A.2.6.2 分别移取 1250 μL 0.5 mol/L 磷酸、1250 μL 0.5 mol/L 磷酸二氢钠,置于 15 mL 具塞带刻度塑料离心管中,加水至 6 mL 刻度,混匀,加入 4 mL 乙腈混匀后备用。

A.2.6.3 用移液器将分离缓冲溶液分装于 3 个 1.5 mL 试样瓶中,其中两瓶用于分离,另一瓶用于清洗。

A.2.7 环境条件

室内温度:15 °C~26 °C;相对湿度:<60%。

A.2.8 操作步骤

A.2.8.1 标准溶液配制:准确称取折算纯度后的三种同系物标准品,分别置于 15 mL 具塞带刻度塑料离心管中,用甲醇溶解,配制成质量浓度均为 10 g/L 的三种同系物的储备液。

A.2.8.2 工作液的配制:分别移取 1.6 mL 三种同系物储备液,均置于同一 10 mL 容量瓶中,用样品稀释液稀释、定容至刻度,则三种同系物的工作液质量浓度均为 1 600 mg/L。

A.2.8.3 标准系列的配制:用样品稀释液将工作液以倍比稀释法逐级稀释,配制成三种同系物质量浓度均分别为 10 mg/L、20 mg/L、40 mg/L、80 mg/L。

A.2.8.4 标准曲线的制作:将标准系列在规定的电泳条件下,测定其响应值。以工作液质量浓度为横坐标,相应校正峰面积为纵坐标制作标准曲线。

A.2.8.5 样品处理:液体样品用样品提取液稀释后,置于 1.5 mL 试样瓶中。

A.2.8.6 待仪器稳定后,在给定的仪器条件下,将处理好的样品依次注入毛细管。

A.2.9 含量计算

三种同系物含量按式(A.2)计算:

$$X = \frac{\rho \times V}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

X —— 三种同系物的含量,单位为克每千克(g/kg)或克每升(g/L);

V —— 样品定容体积,单位为毫升(mL);

ρ —— 通过标准曲线计算的上样液中三种同系物的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m —— 称或取样量,单位为克(g)或毫升(mL)。

苯扎氯铵的含量为三种同系物含量之和。

A.2.10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

A.2.11 注意事项

A.2.11.1 遇到有基体干扰的样品,可通过增加石英毛细管的长度实现与基体的分离,达到去除干扰的目的。

A.2.11.2 考虑到苜索氯铵与苯扎氯铵不复配在一起,故本法也同样适用于原料、单方和复方化学消毒剂中苜索氯铵的测定。

A.2.11.3 苯扎溴铵含量测定可以用十二烷基二甲基苜基氯化铵作为标准品,并将结果乘以换算系数 1.13。

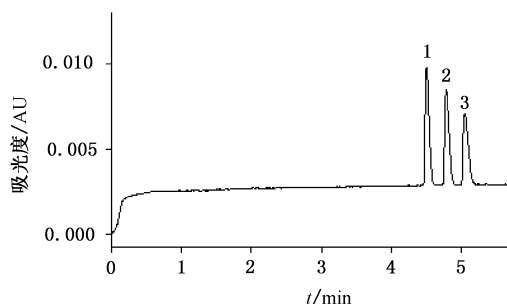
A.2.11.4 对于无样品温度控制的设备,可用 200 μL 移液器滴加 2~3 滴矿物油于盛装分离缓冲溶液的试样瓶中,以防止样品溶液中有有机溶剂的挥发。

A.2.11.5 对季铵盐含量高的样品,可将样品稀释液中 50 mmol/L HAC 与乙腈比例由 1:1 改为 1:4。

A.2.11.6 醋酸洗必泰的迁移时间在 3.7 min 左右。

A.2.12 电泳图

见图 A.3。



说明:

1——C₁₂-BAC (80);

2——C₁₄-BAC (80);

3——C₁₆-BAC (80)。

括号内为质量浓度(mg/L)。

图 A.3 3 种消毒有效成分混合标准溶液电泳图

A.3 方法三:毛细管电泳法测定苜索氯铵

A.3.1 方法原理

苜索氯铵属阳离子表面活性剂,分别在 214 nm 及 270 nm 有最大吸收。在十二烷基硫酸钠与脱氧胆酸钠的混合胶束分离缓冲溶液中,实现与样品基体的分离,利于其准确定量。

A.3.2 适用范围

本方法适用于原料、单方及复方化学消毒剂中苜索氯铵的含量测定、单方和复方化学消毒剂中苜索氯铵与聚六亚甲基双胍的同时测定、复方化学消毒剂中苜索氯铵与醋酸洗必泰的同时测定。本方法中

这三种物质的检出限均为 1 mg/L。

A.3.3 仪器设备

毛细管电泳仪配备二极管阵列检测器；分析天平；涡旋振荡器。

A.3.4 试剂与材料

A.3.4.1 除特殊说明外，所用试剂均为分析纯。实验用水符合 GB/T 6682—2008 三级水的规格（蒸馏水或去离子水或相当纯度的水）。十水合四硼酸钠（硼砂， $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ， $>99.5\%$ ）、硼酸（ H_3BO_3 ，优级纯）、十二烷基硫酸钠（SDS， $\geq 99\%$ ）脱氧胆酸钠（SD， $\geq 98\%$ ）、聚乙二醇 20 000（PEG 20 000）、氢氧化钠（优级纯）。

A.3.4.2 标准品：苜蓿素氯铵（ $\geq 99.9\%$ ）。

A.3.4.3 石英毛细管：内径 50 μm ，外径 365 μm 。

A.3.5 毛细管电泳条件

A.3.5.1 毛细管电泳条件包括：

- 石英毛细管：50 μm （内径） \times 50.2 cm（有效长度：40 cm）；
- 分离电压：24 kV；
- 检测波长：214 nm；
- 进样压力：3.448 kPa；
- 进样时间：12 s；
- 操作温度：25 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.5.2 分离缓冲溶液：20 mmol/L 硼砂（无需调 pH）+ 30 mmol/L SDS + 5 mmol/L SD + 0.8 g/L PEG 20 000；样品提取（或稀释）液：将分离缓冲溶液用水稀释 10 倍。

A.3.5.3 新毛细管的预处理：

- a) 新的毛细管分别用 1 mol/L 氢氧化钠冲洗 20 min、水冲洗 5 min 及分离缓冲溶液冲洗 5 min；
- b) 每次进样前分别用 1 mol/L 氢氧化钠冲洗 2 min、水冲洗 2 min 及分离缓冲溶液冲洗 2 min；
- c) 为得到较好的数据，弃去最初几针的数据，待得到稳定的迁移时间，方能进行定量测定。

A.3.5.4 1 mol/L 氢氧化钠水溶液配制：称取 2.0 g NaOH 固体，置于已加少量水的 50 mL 具塞带刻度塑料离心管中，振摇溶解，加水至 50 mL 刻度。

A.3.6 分离缓冲溶液配制方法

A.3.6.1 储备液的制备方法包括：

- a) 80 mmol/L 硼砂储备液：称取 1.525 g 硼砂，置于 50 mL 具塞带刻度塑料离心管，加入水溶解并稀释到 50 mL 刻度；
- b) 200 mmol/L SDS 储备液：称取 2.884 g SDS 于 50 mL 具塞带刻度塑料离心管，加入水溶解并稀释到 50 mL 刻度；
- c) 100 mmol/L SD 储备液：称取 2.073 g SD 于 50 mL 具塞带刻度塑料离心管，加入水溶解并稀释到 50 mL 刻度；
- d) 100 g/L PEG 20000 储备液：称取 5 g PEG 20 000，置于 50 mL 具塞带刻度塑料离心管，加入水溶解并稀释到 50 mL 刻度。

A.3.6.2 分离缓冲溶液的配制：分别移取 2.5 mL 80 mmol/L 硼砂、1.5 mL 200 mmol/L SDS、0.5 mL 100 mmol/L SD 和 0.08 mL 100 g/L PEG 20 000，置于 15 mL 具塞带刻度塑料离心管中，加水至 10 mL 刻度，混匀后即成为分离缓冲溶液。

A.3.6.3 用移液器将分离缓冲溶液分装于3个试样瓶中,其中两瓶用于分离,另一瓶用于冲洗。

A.3.7 环境条件

室内温度:15℃~26℃;相对湿度:<60%。

A.3.8 操作步骤

A.3.8.1 苜索氯铵标准储备液的配制:称取在105℃干燥2h的苜索氯铵标准品10mg,置于10mL容量瓶中,加入水溶解、稀释、定容,涡旋混匀,制得质量浓度为1g/L的标准储备液,于4℃冰箱冷藏保存。

A.3.8.2 工作液的配制:分别移取1.2mL苜索氯铵储备液,置于10mL容量瓶中,用样品稀释液稀释、定容至刻度,则工作液质量浓度为120mg/L。

A.3.8.3 标准系列的配制:用样品提取液将工作液以倍比稀释法逐级稀释,配制成质量浓度分别为7.5mg/L、15mg/L、30mg/L和60mg/L的标准系列。

A.3.8.4 标准曲线的制作:将标准系列按质量浓度由低至高的顺序,在规定的电泳条件下,测定其响应值。以工作液质量浓度为横坐标,相应校正峰面积为纵坐标制作标准曲线。

A.3.8.5 样品处理:液体样品用样品提取液稀释后装入1.5mL样品瓶中直接进样。

A.3.8.6 待仪器稳定后,在给定的仪器条件下,将处理好的样品依次注入毛细管。

A.3.9 含量计算

苜索氯铵含量按式(A.3)计算:

$$X = \frac{\rho \times V}{m \times 1000} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

X —— 苜索氯铵含量,单位为克每千克(g/kg)或克每升(g/L);

V —— 样品定容体积,单位为毫升(mL);

ρ —— 通过标准曲线计算的上样液中苜索氯铵的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m —— 称或取样量,单位为克或毫升(g或mL)。

A.3.10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的10%。

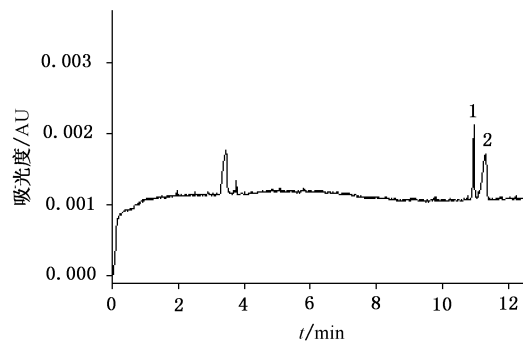
A.3.11 注意事项

A.3.11.1 遇到有基体干扰的样品,可通过增加石英毛细管的长度实现与基体的分离,达到去除干扰的目的。

A.3.11.2 对无基体干扰的样品,可通过减少石英毛细管的长度,减少分离时间,达到快速分离的目的。

A.3.12 电泳图

见图A.4。



说明:

1——苄索氯铵(5 mg/L);

2——聚六亚甲基双胍(5 mg/L)。

图 A.4 苄索氯铵和聚六亚甲基双胍混合标准溶液电泳图

A.4 方法四:四苯硼钠滴定法

A.4.1 方法原理

通过直接测定季铵盐中的阳离子(杀菌活性成分)来测定季铵盐的含量。在碱性水溶液中,带正电的季铵盐与带负电的溴酚蓝酸性染料指示剂相互作用而形成蓝色离子对化合物,该蓝色化合物易溶于水不互溶的氯仿中。由于此蓝色化合物不如四苯硼钠与季铵盐间形成的化合物更稳定,故利用此性质将溴酚蓝作为以四苯硼钠滴定季铵盐的指示剂。滴定开始时,季铵盐与溴酚蓝结合,生成蓝色化合物。滴定至近终点时,溴酚蓝指示剂则逐渐从蓝色化合物中被四苯硼钠置换而游离出来,因其不溶于氯仿而转入碱性水层,在剧烈振摇下,氯仿层的蓝色消退而碱性水层呈淡紫色,即为终点。

A.4.2 适用范围

苯扎溴铵、苯扎氯铵或其他阴离子取代的季铵盐的阳离子部分是相同的,本方法适用于原料或单方化学消毒剂中苯扎溴铵含量的测定,也适用于原料或单方化学消毒剂中苯扎氯铵或其他阴离子取代的季铵盐含量的测定。本方法检出限为 0.9 g/L。

A.4.3 材料与方法

A.4.3.1 试剂:除特殊说明外,所用试剂均为分析纯。实验用水符合 GB/T 6682—2008 三级水的规格(蒸馏水或去离子水或相当纯度的水)。氢氧化钠、溴酚蓝、四苯硼钠($\geq 99\%$);氯仿。

A.4.3.2 1 mol/L 氢氧化钠溶液:4.0 g 氢氧化钠,加水溶解成 100 mL 溶液。

A.4.3.3 0.05% 溴酚蓝指示剂:称取 0.1 g 溴酚蓝,加入 3 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液,溶解,再加水至 200 mL。

A.4.3.4 0.02 mol/L 四苯硼钠滴定液:按照《中华人民共和国药典》(四部,2015 年版)328、333 的方法进行配制和标定。

A.4.3.5 操作步骤:

- 取适量体积液体样品,使其相当于苯扎溴铵约 0.25 g,置于 250 mL 碘量瓶中。
- 分别加水 50 mL 和 1 mol/L 氢氧化钠溶液 1 mL,摇匀,加入 0.05% 溴酚蓝指示剂 0.4 mL,则水层为蓝色澄清液体,加入氯仿 10 mL,氯仿层为无色澄清液体,振摇混匀,静置,水层变浑且颜色逐渐变浅,氯仿层则变为蓝色澄清液体。

c) 用 0.02 mol/L 四苯硼钠滴定液开始滴定,边滴边摇匀,水层颜色逐渐变浅,变为乳白色即接近终点,接近终点时须强力振摇。待氯仿层的蓝色消失,水层呈淡紫色,即为终点,记录四苯硼钠标准溶液用量。重复测定两次,取两次平均值进行计算。同时做空白实验。

空白试验将水代替样品重复上述步骤。

A.4.4 含量计算

若化学消毒剂中有效成分为苯扎溴铵,则其含量按式(A.4)计算:

$$X = \frac{c \times V_{\text{stp}} \times M}{V \times 1\,000} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

X —— 苯扎溴铵含量,单位为克每千克(g/kg)或克每升(g/L),或者用%表示;

c —— 四苯硼钠滴定液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_{stp} —— 四苯硼钠滴定液样品与空白体积差,单位为毫升(mL);

M —— 苯扎溴铵相对分子质量 384.4;

V —— 取(液体)或称(固体或黏稠液体)样量,单位为毫升(mL)或克(g)。

若化学消毒剂中有效成分为苯扎氯铵,则式(A.1)中 M 取苯扎氯铵平均相对分子质量 353.5。

A.4.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 3%。

A.4.6 注意事项

A.4.6.1 滴定液应在有效期内使用。在常温(15 °C~25 °C)下保存时间一般不超过 2 个月,当溶液出现浑浊、沉淀、颜色变化等现象时,应重新制备。

A.4.6.2 滴定液的消耗体积控制在 35 mL~40 mL 为宜。滴定液用量不应超过滴定管所标示的量。若所测化学消毒剂中季铵盐含量过高,可适当减少取样量或经稀释后测定,以减少测定误差;若化学消毒剂中季铵盐含量过低,可增加取样量或采用灵敏度更高的方法进行测定。

A.4.6.3 滴定速度一般保持在 6 mL/min~8 mL/min。滴定终点以氯仿层的蓝色消退而水层呈淡紫色来指示,不易判断,故临近终点时要逐滴滴加、强烈振摇、静置分层后再仔细观察,若滴定过程中振摇不充分,可能使含量测定结果偏低。用白纸衬底观察,以便于正确地判断终点。

A.4.6.4 与酒精或异丙醇等复配的消毒液,应预先对样品进行醇类加热挥发处理,冷却至室温补水后再测定。

A.4.6.5 化学消毒剂中的一些成分可使氯仿层和水层乳化,即有机相和水相不分层,使得实验无法进行。此时应采用 A.1~A.3 的方法。

A.4.6.6 该法测定的是季铵盐总量,若需测定每种季铵盐成分,应采用 A.1~A.3 的方法。

A.4.6.7 氯仿属于高毒物质,实验废液严禁倒入下水道,应由专门机构妥善处理。