



中华人民共和国国家标准

GB/T 39873—2021

消毒剂中季铵盐的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of quaternary ammonium salt in disinfectant—
Liquid chromatography-tandem mass spectrometry

2021-03-09 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会



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。

本文件由全国质量监管重点产品检验方法标准化技术委员会(SAC/TC 374)提出并归口。

本文件起草单位：上海市质量监督检验技术研究院、中检华纳(北京)质量技术中心有限公司、无限极(中国)有限公司、广州中科检测技术服务有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、江苏天瑞仪器股份有限公司、广东洛斯特制药有限公司、华纳通标(北京)认证有限公司。

本文件主要起草人：刘洋、郑国建、杨晋青、翁史昱、林毅侃、戴彦韵、杨保刚、施敬文、毛旭峰、孟杰、孙红梅、徐树兰、蒙丽琼、周立、蔡潮明、陈冬阳。

消毒剂中季铵盐的测定 液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了液相色谱-串联质谱法测定消毒剂中季铵盐的试剂和材料、仪器和设备、测定步骤、结果计算、精密度、检出限和定量限。

本文件适用于消毒剂中十二烷基二甲基苄基氯化铵(C12-BAC)、十四烷基二甲基苄基氯化铵(C14-BAC)、十六烷基二甲基苄基氯化铵(C16-BAC)、二癸基二甲基氯化铵(DDAC)、十二烷基三甲基溴化铵(DTAB)、十二烷基二甲基-2-苯氧基-乙基溴化铵(EDDAB)的测定。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经含 0.5% 甲酸的甲醇溶液超声提取、涡旋、离心,0.22 μm 的有机滤膜过滤,试液用液相色谱-串联质谱测定,保留时间和相对离子对丰度定性,外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有规定,仅使用色谱纯试剂。

5.1 水:GB/T 6682,一级。

5.2 乙腈(CH_3CN)。

5.3 0.5% 甲酸的甲醇溶液:移取 5 mL 甲酸于 1 000 mL 容量瓶中,甲醇定容。

5.4 0.1% 甲酸溶液:移取 1 mL 甲酸于 1 000 mL 容量瓶中并用水定容。

5.5 季铵盐标准品: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、二癸基二甲基氯化铵、十二烷基三甲基溴化铵、十二烷基二甲基-2-苯氧基-乙基溴化铵,纯度不小于 99.0%,CAS 号、分子式、相对分子质量参见附录 A。

5.6 季铵盐标准储备液,100 mg/L:准确称取各季铵盐标准品(5.5)10 mg,精确到 0.1 mg,于 100 mL 的容量瓶中,用 0.5% 甲酸的甲醇溶液(5.3)溶解并定容至刻度。

季铵盐标准储备液在 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下保存,贮存期 6 个月。

5.7 标准工作溶液：用 0.5% 甲酸的甲醇溶液(5.3)将上述标准储备液(5.6)分别配成一系列质量浓度为 0.050 mg/L、0.100 mg/L、0.200 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L 的标准工作溶液，现用现配。

5.8 滤膜：0.22 μm，有机膜。

6 仪器和设备

- 6.1 液相色谱-串联质谱仪，带电喷雾离子源。
- 6.2 分析天平，感量为 0.001 g 和 0.000 1 g。
- 6.3 超声振荡器。
- 6.4 离心机，转速大于或等于 8 000 r/min。
- 6.5 涡旋振荡器。

7 测定步骤

7.1 样品处理

称取样品 1 g(精确至 0.001 g)，液体样品取样 1 mL，于 100 mL 容量瓶中，加 70 mL 0.5% 甲酸的甲醇溶液(5.3)，涡旋混合 1 min，超声提取 20 min，用 0.5% 甲酸的甲醇溶液(5.3)定容至刻度。取部分样液，于 8 000 r/min 离心 10 min，经 0.22 μm 滤膜过滤，滤液作为待测样液备用。若被测组分含量较高，可用 0.5% 甲酸的甲醇溶液(5.3)稀释后，经 0.22 μm 滤膜过滤，滤液作为待测样液备用。

7.2 测定条件

7.2.1 液相色谱参考条件

设备不同，测定条件可能不同。以下测定条件经证实是可行的：

- a) 色谱柱：C₁₈，50 mm×2.1 mm(粒径 1.7 μm)，或其他性能相当者；
- b) 流速：0.3 mL/min；
- c) 柱温：35 ℃；
- d) 进样量：1 μL；
- e) 流动相：溶剂 A：乙腈(5.2)，溶剂 B：0.1% 甲酸溶液(5.4)；
- f) 液相色谱梯度洗脱条件见表 1。

表 1 液相色谱洗脱条件

时间 min	乙腈 %	0.1%甲酸溶液 %
0.0	40	60
1.0	40	60
5.0	100	0
8.0	100	0
8.1	40	60
10	40	60

7.2.2 质谱参考条件

设备不同,测定条件可能不同。以下测定条件经证实是可行的:

- a) 电离方式:电喷雾电离,正离子;
- b) 检测方式:多反应监测;
- c) 毛细管电压:3 000 V;
- d) 雾化气温度:450 ℃;
- e) 雾化气流速:800 L/h;
- f) 锥孔气流速:150 L/h;
- g) 离子源温度:150 ℃。

监测离子对、碰撞能量和锥孔电压参见表 2。

表 2 多反应监测条件

化合物名称	定性离子对 m/z	定量离子对 m/z	锥孔电压 V	碰撞能量 eV
十二烷基二甲基苄基氯化铵	304/91	304/91	30	25
	304/212			20
十四烷基二甲基苄基氯化铵	332/91	332/91	30	30
	332/240			20
十六烷基二甲基苄基氯化铵	360/91	360/91	30	30
	360/268			20
二癸基二甲基氯化铵	326/186	326/186	30	25
	326/184			30
十二烷基三甲基溴化铵	228/60	228/60	30	20
	228/43			25
十二烷基二甲基-2-苯氧基乙基溴化铵	334/72	334/72	30	25
	334/166			23

7.3 标准工作曲线绘制

按 7.2 的测定条件,分别吸取 1 μL 标准工作溶液(5.7)按浓度由低到高进样测定,以定量离子对的峰面积为纵坐标,对应的溶液浓度为横坐标,得到标准曲线回归方程。

标准物质季铵盐的液相色谱-串联质谱色谱图参见附录 B。

7.4 液相色谱-串联质谱测定

7.4.1 定性测定

在相同试验条件下进行样品测定时,检出的色谱峰的保留时间与标准样品相比,变化范围在 $\pm 2.5\%$ 之内;并且在样品质谱图中,所选择的离子对均出现,而且所选择的相对离子对丰度与浓度相当的标准溶液相比,其允许相对偏差不超过表 3 规定的范围,则可定性确证目标分析物。

表 3 定性时相对离子对丰度的最大允许相对偏差

相对离子对丰度 %	最大允许相对偏差 %
>50	±20
20~50	±25
10~20	±30
≤10	±50

7.4.2 定量测定

本文件中液相色谱-串联质谱法采用外标-校准曲线法定量测定,应保证所测样品中被测组分的响应值在标准曲线范围内。

7.5 空白试验

除不加试样外,均按 7.1~7.4 的规定执行。

8 结果计算

试样中各季铵盐含量的计算按式(1)计算:

$$X = \frac{\rho \times V}{m} \times \frac{1}{10^3} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中:
X —— 样品中各季铵盐的含量,单位为克每千克(g/kg);
ρ —— 从标准曲线查得样液中各季铵盐的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
V —— 样品定容体积,单位为毫升(mL);
m —— 样品质量,单位为克(g);
f —— 稀释倍数。
计算结果保留三位有效数字。

9 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

10 检出限和定量限

当取样量为 1 g,定容体积为 100 mL 时,检出限为 0.003 g/kg,定量限为 0.01 g/kg。

附 录 A
(资料性)

季铵盐的 CAS 号、分子式、相对分子质量

6 种季铵盐的 CAS 号、分子式、相对分子质量见表 A.1。

表 A.1 季铵盐的 CAS 号、分子式、相对分子质量

化合物名称	CAS 号	分子式	相对分子质量
十二烷基二甲基苄基氯化铵	139-07-1	$C_{21}H_{38}ClN$	339.99
十四烷基二甲基苄基氯化铵	139-08-2	$C_{23}H_{42}ClN$	368.04
十六烷基二甲基苄基氯化铵	122-18-9	$C_{25}H_{46}ClN$	396.09
二癸基二甲基氯化铵	7173-51-5	$C_{22}H_{48}ClN$	362.08
十二烷基三甲基溴化铵	1119-94-4	$C_{15}H_{34}BrN$	308.34
十二烷基二甲基-2-苯氧基-乙基溴化铵	538-71-6	$C_{22}H_{40}BrNO$	414.46

附录 B

(资料性)

季铵盐的液相色谱-串联质谱色谱图

6 种季铵盐的液相色谱-串联质谱色谱图见图 B.1~图 B.6。

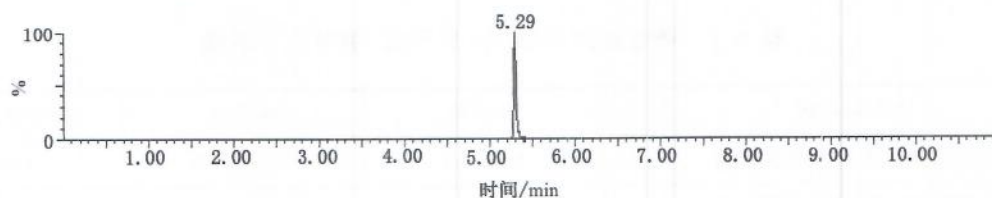


图 B.1 十六烷基二甲基苄基氯化铵的液相色谱-串联质谱色谱图

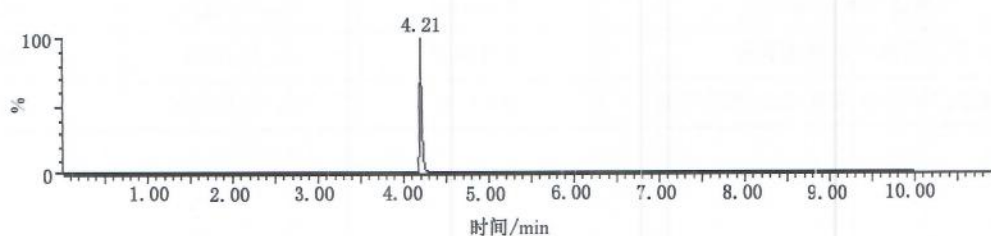


图 B.2 十二烷基二甲基-2-苯氧基-乙基溴化铵的液相色谱-串联质谱色谱图

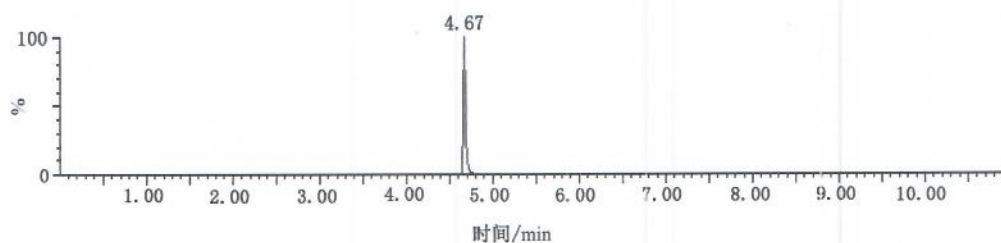


图 B.3 十四烷基二甲基苄基氯化铵的液相色谱-串联质谱色谱图

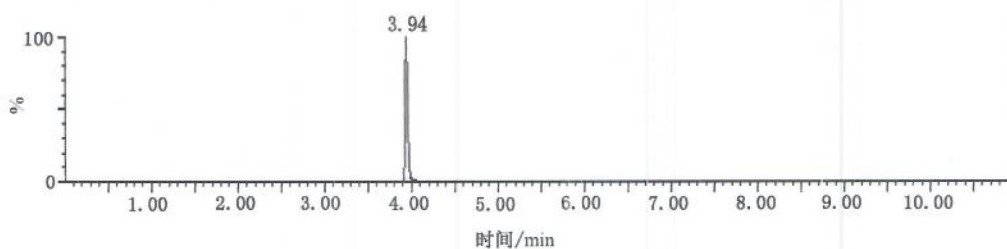


图 B.4 二癸基二甲基氯化铵的液相色谱-串联质谱色谱图

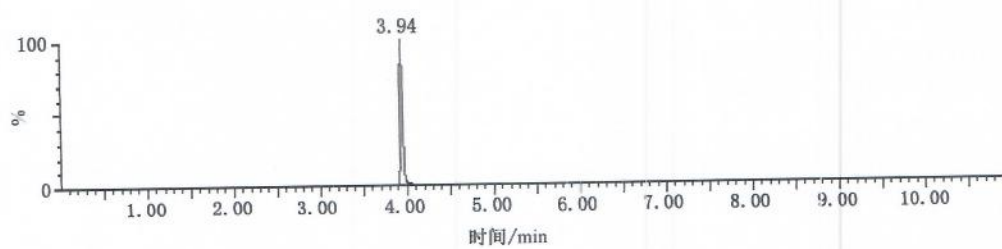


图 B.5 十二烷基二甲基苄基氯化铵的液相色谱-串联质谱色谱图

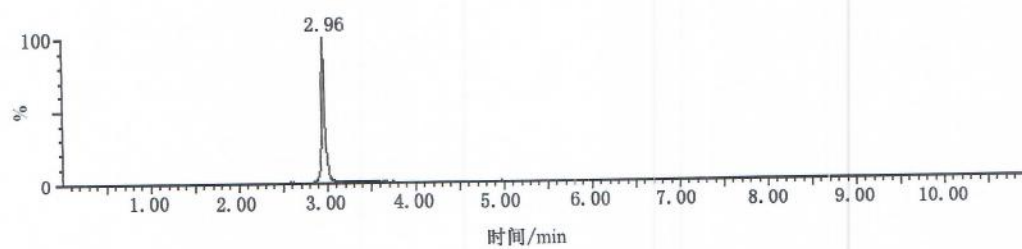


图 B.6 十二烷基三甲基溴化铵的液相色谱-串联质谱色谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
消毒剂中季铵盐的测定
液相色谱-串联质谱法

GB/T 39873—2021

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2021年3月第一版 2021年3月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-66969 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 39873-2021



码上扫一扫 正版服务到