

阳离子色谱法测定溴棕三甲胺

廖树伟¹, 廖栩泓²

(1.南昌市食品药品检验所; 2.瑞士万通中国有限公司)

摘要: 建立了用阳离子色谱法测定溴棕三甲胺的方法。色谱条件: 3mmol/L 硫酸+40%乙腈为淋洗液, 流速 1mL/min, 柱温 40℃, 采用 Metrosep C4-150 阳离子色谱柱, 非抑制电导检测器。该法具有快速、简便、灵敏的特点, 适用于检测实际样品中溴棕三甲胺的含量。

关键词: 离子色谱; 溴棕三甲胺

Determination of cetrimide with cation chromatography

LIAO Shu Wei¹, LIAO XU Hong²

(1.Nanchang Institute for Drug and Food Control,Nanchang,330038;

2.Metrohm China Ltd., Guanhzou,510070)

Abstract: The determination of cetrimide in ointment was solved with the Metrosep C4-150 column. 3 mmol/L sodium carbonate + 40% acetonitrile mix solution was used as eluent. The linear range of cetrimide was 1 – 15mg/L ($r^2=0.999954$). The method was specific, quick and simple.

Key words: ion chromatography (IC); cetrimide

1. 引言

溴棕三甲胺 (Cetrimide) 是一种表面活性剂, 可与皮肤、粘膜和其他组织强力结合, 从而具有长效杀菌作用。主要用来扑灭因革兰氏阳性菌引起之皮肤感染, 对伤口有消炎及帮助愈合的功效。目前部分市售用于止痒杀菌的膏药或消毒杀菌液中, 溴棕三甲胺 (Cetrimide) 是重要成分之一。

但是溴棕三甲胺 (Cetrimide) 具有强刺激性, 如果该成分含量太高, 膏药或杀菌液直接接触患者皮肤, 将导致严重皮炎, 出现鱼鳞癣样皮肤脱屑、炙红或像化学药剂灼伤般焦黑变化等症状。

本文采用阳离子色谱柱、硫酸加乙腈淋洗液、电导离子色谱法测定溴棕三甲胺 (Cetrimide) 的含量, 方法简便, 检验快速, 适用于实际样品中该组分的含量测定。

2. 实验部分

2.1 仪器

850 型离子色谱仪 (Metrohm), Millipore 超纯水机, 电子天平 (赛多利斯)。

2.2 试剂及样品

硫酸 (广州化学试剂厂, 分析纯), 溴棕三甲胺 (Cetrimide) 标准品由某公司提供, 溶液均用电阻率大于 18.2MΩ超纯水配制。样品为市面所售某品牌止痒膏。

2.3 色谱条件

分离柱: Metrosep C4-150 (瑞士万通); 保护柱: Metrosep C4 Guard (瑞士万通); 淋洗液: 3mmol/L 硫酸+40%乙腈; 流速: 1mL/min; 柱温箱温度: 40℃; 检测器: 非抑制电导检测器; 进样体积: 20μL。

2.4 样品制备

准确称取 0.2421g 样品于 100mL 容量瓶, 用 3mM H₂SO₄ + 40% 乙腈溶液定容, 超声溶解 20 分钟, 静置 2 小时后成为样品溶液 A。

3. 结果与讨论

3.1 色谱条件确定

作者简介: 廖树伟, 1982 年, 男, 助理工程师, 食品药品检验, 邮箱: 28237600@qq.com, 电话: 0791-88538251

通讯联系人: 廖栩泓, 广州先烈中路 80 号汇华商贸大厦 2910, 邮编: 510070

溴棕三甲胺(Cetrimide)带有阳离子,可通过阳离子色谱进行分离。由于溴棕三甲胺(Cetrimide)在色谱柱上有较强保留,在 2mmol/L 硫酸淋洗液, 0.9mL/min 流速的标准洗脱条件下需要长时间才能出峰。考查了淋洗液浓度、流速、柱温以及有机添加剂对分析的影响,发现提高淋洗液浓度,并加入一定量的乙腈,提高柱温可加快出峰时间,并且有效提高峰面积。最终确定淋洗液为 3mmol/L 硫酸+40% 乙腈,流速为 1mL/min,柱温 40℃。

3.2 线性关系

用溴棕三甲胺 (Cetrimide) 标准品分别配制 1、5、10、15mg/L 浓度的标准溶液,在上述色谱条件下进行分析,以溶液浓度(mg/L)为横坐标 Q,峰面积 ((μs/cm)* min)为纵坐标 A,进行线性回归,回归方程为 $A = 8.20312 \times 10^{-3} + 3.62360 \times 10^{-3} \times Q$,相关系数为 0.999954,表明溴棕三甲胺 (Cetrimide) 在浓度 1-15ppm 范围内线性关系良好。

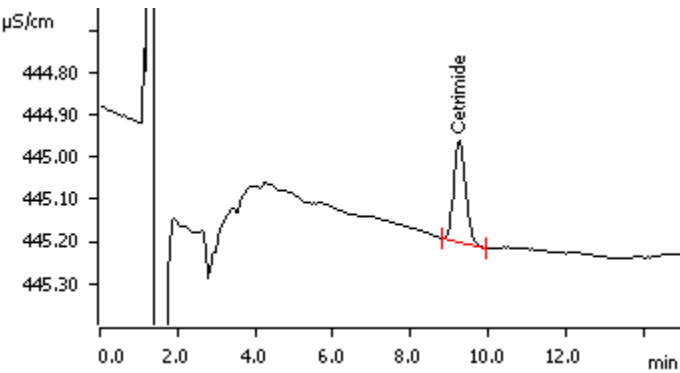


图 1. 10ppm 溴棕三甲胺 (Cetrimide) 标准谱图

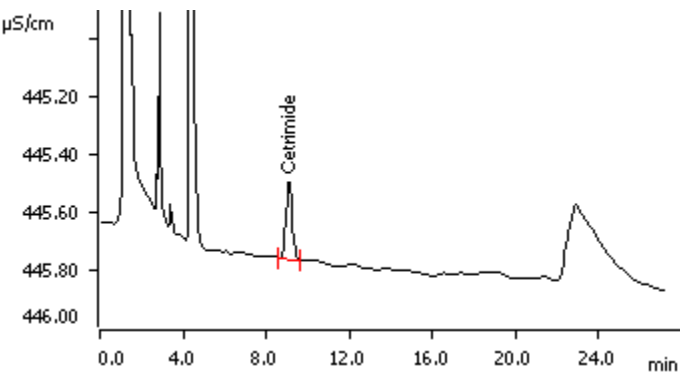


图 2. 实际样品谱图

3.3 样品分析及精密度试验

样品溶液,经 0.22μm 的滤膜过滤后进入色谱柱分析,根据样品的色谱峰面积大小由软件直接计算出含量。样品溶液连续测定 3 次,精密度由软件自动分析计算。样品外包装上标明 Cetrimide 含量为 0.5%,样品测定结果与标示值比较符合。测量及精密度结果见表 1。

表 1 样品测量及精密度试验结果 (n=3)

样品	测定液 Cetrimide 浓度 (mg/L)	换算为原样中 Cetrimide 浓度 (%)	RSD (%)
样品溶液 A	11.76	0.486	0.985

3.4 结论

本文所建立的阳离子色谱法测定溴棕三甲胺 (Cetrimide) 的方法,简便、快速,工作曲线线性良好,可用于溴棕三甲胺的质量控制,并为测定止痒杀菌用膏药等产品中 Cetrimide 的含量提供了参考。