

T/FDSA

团 体 标 准

T/FDSA 004—2019

聚六亚甲基胍类消毒剂含量测定方法

Content determination for polyhexamethylene guaidine disinfectants

2019-7-10 发布

2019-8-10 实施

中国食品药品企业质量安全促进会

发布

目 次

前 言.....	III
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
第一法 紫外分光光度法测定聚六亚甲基双胍盐酸盐含量.....	1
4 试验原理.....	1
5 设备和器材.....	1
6 试剂.....	2
7 试验步骤.....	2
8 结果计算.....	2
9 精密度.....	3
第二法 胶体滴定法测定聚六亚甲基单胍盐酸盐含量.....	3
10 试验原理.....	3
11 设备和器材.....	3
12 试剂.....	3
13 试验步骤.....	3
14 结果计算.....	4
15 注意事项.....	4

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由中国食品药品企业质量安全促进会标准化专业委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国人民解放军疾病预防控制中心、中关村国际医药检验认证科技有限公司、重庆两江创享医药检验认证科技有限公司、重庆市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：帖金凤、苏裕心、张廷芬、刘治平、王长德、鄢家佳、刘南。

聚六亚甲基胍类消毒剂含量测定方法

1 范围

本标准规定了聚六亚甲基胍类消毒剂的含量检测的试验原理、设备和器材、试剂、试验步骤、结果计算及注意事项。

本标准第一法适用于以聚六亚甲基双胍(PHMB)类化合物为主要杀菌成分,乙醇和(或)水为溶剂的消毒剂的含量测定;第二法适用于以聚六亚甲基双胍(PHMB)或聚六亚甲基单胍(PHMG)类化合物为主要杀菌成分,乙醇和(或)水为溶剂的消毒剂的含量测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本标准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)适用于本标准。

《中华人民共和国药典》(四部)2015版

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

胶体滴定法(Colloid titration ratio, 又称聚电解质滴定)

是利用一些已知电荷密度且性能比较稳定的阴阳离子聚电解质作为标准液,滴定未知的带相反电荷的聚电解质试验,通过显色剂指示终点,从而对被测试样进行电荷测量的一种滴定方法。

第一法 紫外分光光度法测定聚六亚甲基双胍盐酸盐含量

4 试验原理

聚六亚甲基双胍盐酸盐在 234nm 处有紫外吸收,一定浓度范围内吸光度值与 PHMB 盐酸盐含量成正比。

5 设备和器材

5.1 紫外分光光度计:波长范围 190nm~400nm、杂散光 $\leq 0.010\%T$ (220nm NaI; 340nm NaNO₂)。

5.2 石英比色杯:规格 1cm。

5.3 电子天平：感量 0.0001g。

5.4 移液管：规格 1mL、2mL、5mL、10mL。

5.5 容量瓶：规格 100mL。

6 试剂

聚六亚甲基双胍盐酸盐标准品（PHMB）：纯度为 97.5% 的白色晶状粉末。

7 试验步骤

7.1 PHMB 盐酸盐标准溶液的配制

精密称取 PHMB 盐酸盐标准品 0.01g 于 100mL 容量瓶中，加水溶解，定容至刻度，摇匀，得浓度为 100mg/L 标准溶液。

7.2 绘制标准曲线

用纯水将标准溶液进行系列稀释，配制成浓度为 2mg/L、4mg/L、8mg/L、16mg/L、32mg/L 的标准系列。用 1cm 石英比色杯在紫外分光光度计 234nm 处，测定吸光度，以标准系列质量浓度为横坐标 X，吸光度值为纵坐标 Y，绘制标准曲线，进行线性回归处理，得到线性方程。

7.3 样品溶液的配制及检测

精密量取样品适量，加纯水稀释至标准曲线浓度范围内。按上述步骤测其吸光度值，代入标准线性方程，根据取样量和稀释倍数计算出样品中 PHMB 盐酸盐的含量。

8 结果计算

根据标准曲线，按公式（1）计算样品的 PHMB 盐酸盐含量：

$$X = \frac{\rho \times V}{M \times 1000} \quad (1)$$

式中：

X——PHMB 盐酸盐含量，单位为克每升（g/L）；

ρ ——通过标准曲线计算的稀释液中 PHMB 盐酸盐的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V——样品定容体积，单位为毫升（mL）；

M——取样量，单位为克（g）或毫升（mL）。

9 精密度

为了考察方法间的重现性,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的 10%。

第二法 胶体滴定法测定聚六亚甲基单胍盐酸盐含量

10 试验原理

原理是阴阳离子聚合物之间由于静电引力而吸附生成电荷配比为 1:1 的聚离子复合物,当用阴离子聚电解质滴定阳离子聚合物时,随着滴定的进行,阴离子聚电解质不断地与阳离子聚合物复合,直到把指示剂置换出来,并与指示剂复合使颜色或者荧光强度发生转折性变化,即为终点。

PHMG 盐酸盐是带正电荷的高分子聚合物,理论上用阴离子聚电解质进行滴定,选用阳离子显色剂甲苯胺蓝进行终点指示。

11 设备和器材

11.1 移液管: 规格 1mL、2mL、5mL、10mL。

11.2 酸式滴定管。

11.3 电子天平: 感量 0.0001g。

11.4 容量瓶: 规格 100mL。

11.5 干燥箱。

12 试剂

12.1 阴离子滴定液: 0.0025mol/L 聚乙烯基硫酸钾 (PVSK)。

12.2 显色液: 甲苯胺蓝(Toluidine blue indicator solution TB), 属盐基色素, 带正电荷。

12.3 聚六亚甲基单胍盐酸盐标准品(PHMG): 纯度为 97.5%的白色晶状粉末。

12.4 去离子水。

13 试验步骤

13.1 绘制标准曲线

称取 105℃干燥至恒重的 PHMG 盐酸盐标准品,用去离子水配置浓度为 0mg/L、60mg/L、80mg/L、100mg/L、120mg/L、140mg/L、160mg/L 的系列浓度。分别取 25mL 样品液置 250mL

碘量瓶中，加甲苯胺蓝指示液 2 滴，用 0.0025mol/L PVSK 滴定液滴定至溶液由蓝色变为紫色，并将滴定结果用空白试验校正。以 PHMG 盐酸盐含量为横坐标 X，消耗 PVSK 滴定液的体积为纵坐标 Y 作图，得标准工作曲线。

13.2 供样品溶液的配制及检测

精确吸取适量样品于 100mL 容量瓶中用蒸馏水定容，摇匀。在标准曲线线性范围内，取稀释液 25mL，按上述步骤进行滴定。把消耗 PVSK 滴定液的体积代入标准回归方程，计算出相应的 PHMG 盐酸盐含量。

14 结果计算

根据标准曲线，按（2）计算样品的 PHMG 盐酸盐含量：

$$X = \frac{\rho \times V}{M \times 1000} \quad (2)$$

式中：

X ——PHMG 含量，单位为克每升（g/L）；

ρ ——通过标准曲线计算的稀释液中 PHMG 盐酸盐的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——样品定容体积，单位为毫升（mL）；

M ——取样量，单位为克（g）或毫升（mL）。

15 注意事项

15.1 该方法的最低检测浓度为 1mg/L，低于此浓度则终点显色不明显，影响准确度。

15.2 反应体系体积、指示液添加量和待测溶液的酸碱度对测定方法无影响。

15.3 待测样品所含乙醇量对其含量测定具有明显的影响，醇含量越高，则所测得的数值比实际值偏的越高，乙醇含量超过 50% 则无法测定，终点不变色而无法测定，需要将乙醇去除，才能用胶体滴定法进行测定。含乙醇的样品，可采用煮沸法去除乙醇，并加入适量去离子水补齐液体。

15.4 量器不宜加热，容量瓶严禁加热。