

# 高效液相色谱法分离测定防腐剂中的异噻唑酮

尹喜凤 范崇旭

(中国人民解放军防化研究院, 北京)

以异噻唑酮为基础的高效低毒防腐剂(如Kathon CG, Kathon 886等)正在广泛使用,这类防腐剂的有效成分是2-甲基-3-异噻唑酮(a)和5-氯-2-甲基-3-异噻唑酮(b)。次要成分是4,5-二氯-2-甲基-3-异噻唑酮(c)。有关这些异噻唑酮的HPLC定量资料尚未报道。HPLC分离的报道也不多(1,2)。

本文采用C<sub>18</sub>柱子,以甲醇-水溶液作流动相,分离测定了防腐剂中的a、b和c。

## 实验部分

### (一) 仪器与试剂

北京分析仪器厂SY-5000型高效液相色谱仪,美国Perkin-Elmer LC-85B分光光度计,岛津CR-1B数据处理机。

甲醇(分析纯),水(二次重蒸去离子水),标准化合物a、b和c均为自己合成。

### (二) 方法与结果

1. 色谱条件 色谱柱: Micropak MCH-10柱(300mm×4mm);柱温: 31℃;柱压:  $1.32 \times 10^7$  Pa;流动相: 甲醇:水=1:1;流速: 0.9ml/min;检测波长: 278nm;灵敏度: 0.16 AUFS;纸速: 5mm/min。样品分离色谱图见图1。

2. 外标法定量 用流动相为溶剂配制a、b和c的混合标准溶液,浓度分别为55.92 g/ml、140.85 g/ml和70.00 g/ml。分别进样0.5、1、2、...、10μl,测定其峰面积。对进样量W(g)和峰面积A(μV·s)进行一元线性回归处理,得线性

方程分别为:

$$a: W = 1.56 \times 10^{-7} + 4.2486 \times 10^{-4} A$$
$$r = 0.9999$$

$$b: W = 3.14 \times 10^{-7} + 6.1169 \times 10^{-4} A$$
$$r = 0.9999$$

$$c: W = 4.94 \times 10^{-7} + 3.5306 \times 10^{-4} A$$
$$r = 0.9999$$

用流动相作溶剂配制样品,按上述方法测定其峰面积,用外标法计算样品中a、b和c的含量。

3. 最小检测量与精确度 当信噪比为2:1时,a、b和c的检测量分别是 $6.46 \times 10^{-7}$ g、 $5.89 \times 10^{-7}$ g和 $5.60 \times 10^{-7}$ g。

此方法的相对误差均在4%以下。八次分析的变异系数均在2.5%以下。

## 讨 论

对流动相甲醇与水的不同比例作了比较,甲醇:水=1:1较合适。并将此方法与文献(1)介绍的方法——在流动相中加少量的醋酸——进行了对比。结果表明流动相中加与不加醋酸对它们的保留时间、峰形和峰面积几乎没有影响。

此方法简便、快速,其准确性和重现性都较好。可用于此类防腐剂的配方、合成工艺以及贮存稳定性研究。

## 参 考 文 献

- (1) R. Matissek et al., Fresenius Z. Anal. Chem., 322(5), 468(1985).
  - (2) A. Bettero et al., C. A. 104, 74773s.
- (收稿日期: 1987年7月8日)

Separation and Quantitative Determination of the Isothiazolones in the Preservatives by High Performance Liquid Chromatography Yin Xifeng and Fan Chongxu, Institute of Chemical Defence PLA, Beijing

This paper describes the separation and determination of the isothiazolones in the preservatives by HPLC. The conditions were C<sub>18</sub> column, methanol/water (50/50) mobile phase and UV-detection (278 nm). The selections of UV-wavelength and mobile phase are discussed. The method was rapid and simple for operation. Good precision and accuracy were obtained.

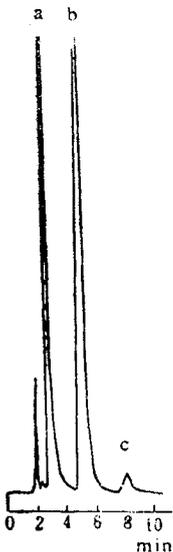


图1 异噻唑酮类工业防腐剂分离色谱图