

高效液相色谱法测定杀菌灭藻剂 TNW-E 含量

高冬梅,张海婴,梁巧,王永伟

(浙江传化股份有限公司, 浙江杭州 311215)

摘要 建立了高效液相色谱法测定杀菌灭藻剂 TNW-E 含量的测定方法,采用 C18 柱,流动相为甲醇:水(80:20),流速为 0.9mL/min,检测波长为 220nm,外标法定量。试验方法相对标准偏差为 0.012% (n=5),加标回收率为 99.80%~101.05%,该方法简便、准确、易行,可用于质量控制。

关键词 高效液相色谱;杀菌灭藻剂;TNW-E

杀菌灭藻剂 TNW-E(以下简称 TNW-E)名称是 2,2-二溴-3-氰(腈)基丙酰胺,分子量是 242。TNW-E 是一种复合型水性制剂,以有机溴化合物和异噻唑啉酮作为主要活性成分,具快速杀菌性能,因具有复合成分,可有效解决微生物对药剂的抗药性,对循环水体系中的微生物尤其是对易产生粘性代谢物和粘泥而严重影响工业生产的粘性菌特别有效,是一种性能卓越的非氧化性杀菌灭藻剂^[1]。

可广泛应用于钢厂、石化厂、和热电厂的循环水系统作为粘泥控制剂,与水质控制的其他药剂不产生拮抗,因其非氧化性不会对设备产生额外的腐蚀。在造纸厂可用作造纸白水的粘菌控制剂,对保护环境,减少污水排放具有重要意义^[2]。TNW-E 可溶于丙酮、聚乙二醇、苯、乙醇等有机溶剂,略溶于水,其水溶液在酸性条件下较为稳定,在碱性条件下易分解,同时在硫化氢等作用下也易分解。使用时无泡沫,液体产品与水可任意比互溶,低毒。由于目前市场供应不同含量的 TNW-E 供工厂选择,所以准确的测试 TNW-E 含量是厂家合理的选择产品尤为重要的指标之一,采用高效液相色谱法测试 TNW-E 含量,精密度和重线性较好相对标准偏差分别为 0.012%、2.6%、(n=5),回收率达 99.80%~101.05%,希望能给工厂在测试 TNW-E 含量时提供一些借鉴,有利于得到准确的检验结果选择到合适的 TNW-E 产品。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

日本 Shimadzu 公司液相色谱仪:LC-10AT 泵、SPD-10A 紫外检测器;
色谱柱:Kromasil C18 柱;进样器:50 μ l。

标样(DBNPA)为绍兴南方化工有限公司提供,含量 99.6%;TNW-E 样品为本公司原料。

甲醇为色谱纯;去离子水经 0.45 μ m 的微孔滤膜过滤后备用。

1.2 色谱操作条件

检测波长:220nm;流速:0.9mL/min;进样量:40 μ l;

流动相:甲醇:去离子水=80:20(v/v);

1.3 标准溶液的配制

准确称取 0.03g(精确到 0.00002g)99.6%的标样(DBNPA),用流动相溶解,转入至 100ml 容量瓶中,用流动相定容至刻度。此溶液中每升约含 TNW-E 0.3mg。

1.4 样品溶液的配制

准确称取 TNW-E 样品 0.3g(精确到 0.00002g),用流动相溶解,转入至 100ml 容量瓶中,用流动相定容至刻度。此溶液中每升约含 TNW-E 3mg。

1.5 测试

取标准溶液和 5 份样品溶液分别在色谱柱内注入 40 μ l,记录标准溶液和样品溶液的峰面积,由峰面积外标法定量,分析结果见表 1。

表 1 分析结果

序号	样品峰面积	标样峰面积	结果, %	平均含量, %	RSD, %
1	4214902.00	2094543.25	20.25	20.30	2.6
2	4224419.50	2094543.25	20.30		
3	4223229.51	2094543.25	20.29		
4	4225166.11	2094543.25	20.30		
5	4222915.10	2094543.25	20.29		

按照 1.2 色谱条件测试标准溶液和样品溶液色谱图,具体见图 2 和图 3。

2. 结果与讨论

2.1 最大吸收波长的测定

取 TNW-E 样品和标样用流动相溶解同时用流动相作参比进行紫外光谱测定, 扫描波长范围 200-400nm, 速度 120nm/min, 样品和标样在 220nm 处吸光度最大, 实验选用 220nm 为测量波长。

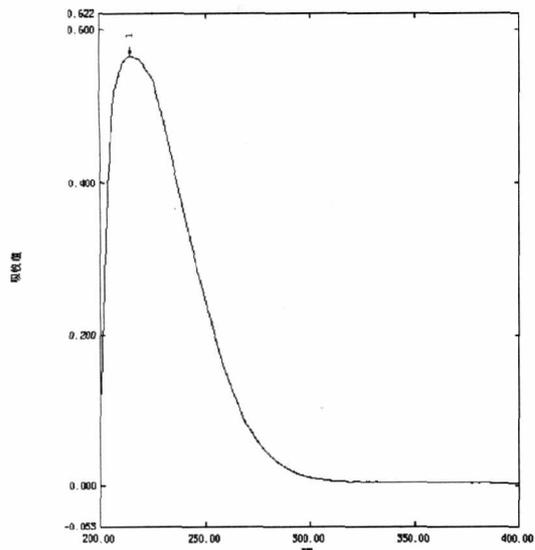


图 1 TNW-E 溶液吸收曲线

2.2 流动相的选择

以乙腈或不同比例的乙腈水溶液为流动相时结果色谱峰的杂质峰不能很好的分离, 又选用了不同比例的甲醇水溶液为流动相, 结果只有选用甲醇 / 水 = 80 : 20 (V/V) 流动相时样品可达到基线分离^[1], 因此本实验选择甲醇 : 水 = 80 : 20 (V/V) 流动相, 具体谱图见图 2, 图 3;

2.3 标准曲线及线性范围

精密的配置浓度分别为 0.15、0.20、0.25、0.30、0.35mg/L 的 TNW-E 标准溶液系列, 在上述色谱条件下

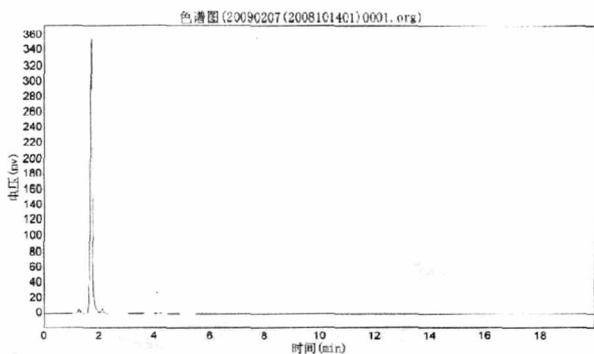


图 2 TNW-E 样品色谱图

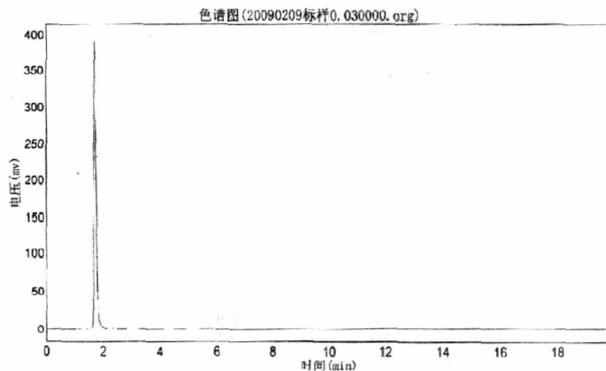


图 3 TNW-E 标样色谱图

测定, 记录 TNW-E 的峰面积, 绘制峰面积与浓度的标准曲线, (见图 4) 得回归方程 $y=69373903X-40.18$, 相关系数 $r=0.9998$, 此标准曲线呈良好的线性关系。

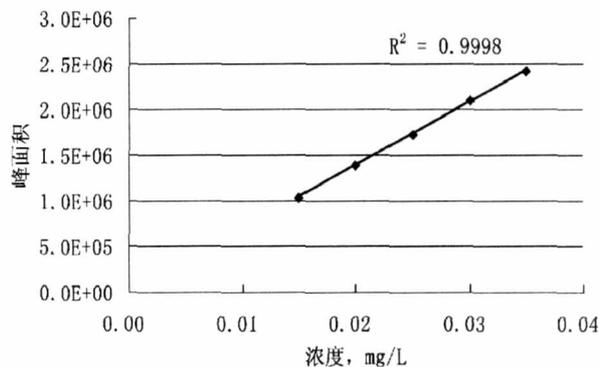


图 4 TNW-E 标准曲线

2.4 重现性和精密度试验

分别取 5 份样品进行测定, 以含量考察重线性, 其相对标准偏差为 2.6%, 结果见表 1。

按照实验方法将 3mg/L 的 TNW-E 样品溶液连续测定 5 次, 以峰面积计算精密度, 其相对标准偏差为 0.022%, 结果见表 2。

表 2 精密度试验

样品	峰面积	平均峰面积	RSD, %
TNW-E	4114840.50	4114536.17	0.012
	4114830.51		
	4113998.97		
	4115001.00		
	4114009.87		

2.5 加标回收率实验

准确量取 5 份已知 TNW-E 含量的标准溶液 1ml, 分别加入不同含量的 TNW-E 样品溶液, 按照实验方

法进行试验, TNW-E 样品的回收率为 99.80% ~ 101.05%, 结果见表3。

表3 回收率试验 (n=5) (单位:mg/L)

序号	样品中 TNW-E 的含量 (mg/L)	加标 (mg/L)	实测值 (mg/L)	回收率, %
1	20.5320	1.1320	21.6642	100.00
2	18.9325	1.1320	20.0644	99.96
3	16.2361	1.1320	17.3800	101.05
4	12.6203	1.1320	13.7500	99.80
5	10.4072	1.1320	11.5484	100.8

3. 结论

高效液相色谱法测定杀菌灭藻剂 TNW-E 的含量,

采用 C₁₈ 柱, 流动相为甲醇:水=80:20, 在 220nm 波长条件检测, 流速为 0.9mL/min, 进样量为 40 μ L。该试验方法的精密度高、重线性好相对标准偏差分别为 2.6、0.012%, 加标回收率为 99.80% ~ 101.05%, 说明该方法的准确度较高 操作简单能够满足分析要求。

参考文献:

- [1][2] 王正南. 产品说明书[J]. 绍兴市南方化工有限公司
 [3] 刘燕, 于伟浩, 钱玉萍. 高效液相色谱法测定工业废水中的硝基苯酚[J]. 工业水处理, 2007, 27(12): 64

Determination of bactericide and algicide TNW-E solution by highly efficient liquid chromatography

Dong-mei Gao, Hai-ying Zhang, Qiao liang, Yong-wei Wang
 (Zhejiang Transfar Co.Ltd., Hangzhou 311215, China)

Abstract A new method was studied for the determination of bactericide and algicide TNW-E solution by highly efficient liquid chromatography. An C18 column was used with a mobile phase consisted of mixture of methanol /water (80:20) at a flow rate of 0.9 mL/min, and UV detector wavelength was 220 nm .using external standard method. RSD was 0.022% (n=5), The recovery was in the range of 99.80% ~ 101.05%, The method was simple, accurate and rapid reproducible and can be used for quality control of phenazinone.

Key words highly efficient liquid chromatography; bactericide and algicide; TNW-E

新闻动态

英国 2 岁女孩智商高达 160 堪比霍金

据英国《每日邮报》报道, 英国两岁女孩卡里娜·奥凯莱的智商高达 160, 和霍金的智商相同。如今她已是高智商会员组成的门萨协会的成员之一。

据悉, 同龄儿童中智商如此之高的人只占 0.03%, 她的智力不亚于 4、5 岁的孩子。专家称, 卡里娜·奥凯莱的想象力尤其丰富, 有文字天赋。

专家在测试其想象力时, 就问她:“你的眼睛是干什么的?” 她回答道:“睡觉的时候就闭上眼睛,” 此外, 她还表示, “还可以把隐形眼镜放里面”。