

紫外分光光度法用于杀菌剂 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮的分析

郑 静, 陈燕青, 龚 晨, 黄 焕

(上海工程技术大学 化学化工学院 上海 201620)

摘要: 运用紫外分光光度法测定了杀菌剂 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮(BIT)的含量,采用水作溶剂,在 225 nm 处测定 BIT 的含量.结果表明 BIT 在 $6.755 \times 10^{-6} \sim 4.728 \times 10^{-5}$ mol/L 范围内吸光度和浓度呈良好的线性关系($R=0.9999$),平均回收率为 103.25%.该方法操作简单,重现性好,结果准确.

关键词: 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮; 紫外分光光度法; 测定

中图分类号: O 657.32

文献标识码: A

文章编号: 1671-6841(2011)01-0122-03

0 引言

1,2-苯并异噻唑啉-3-酮(BIT)是一种工业杀菌防霉、防腐剂,具有突出的抑制霉菌、真菌和细菌在有机介质中滋生的作用.目前,BIT被欧、美、日本等发达国家和地区广泛用于水溶性树脂涂料、乳胶制品、丙烯酸聚合物、聚氨酯制品、照相洗液、油品、造纸、油墨、皮革制品和水处理剂中.BIT的潜在市场正受到各方面的重视^[1].

对 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮的合成和应用已有不少研究^[2-7],而现有的分析方法较少.赵明仁等^[8]提出了用非水酸碱滴定法测定苯并异噻唑啉酮的含量,并对测定的条件进行了研究;张雯^[9]建立了高效液相色谱外标法测定 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮含量的方法.本实验采用紫外分光光度法建立了 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮的分析方法,为该杀菌剂的质量控制提供了快速、有效的分析方法.

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

紫外分光光度仪 UV-1601PC(日本岛津 SHIMADZU),电子天平 AL104(METTLER-TDLEDO).

1,2-苯并异噻唑啉-3-酮标准品(Sigma公司),1,2-苯并异噻唑啉-3-酮样品(合成品),乙腈,95%乙醇,甲醇,超纯水.

1.2 试验方法

精密称取一定量的 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮,用蒸馏水稀释成一定浓度,以蒸馏水为参比,于 200~310 nm 扫描吸收曲线,在 225 nm 处测其吸光度值.

2 结果分析

2.1 溶剂的选择

精密称取 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮标准品分别用水、甲醇、乙腈、95%乙醇稀释到刻度,将上述溶液分别以水、甲醇、乙腈、95%乙醇为空白,于 200~310 nm 波长范围扫描绘制紫外吸收光谱.结果表明同样浓度的

收稿日期: 2010-09-20

基金项目: 上海市教委科研创新项目,编号 09YZ374; 上海工程技术大学发展项目,编号 2008xy32.

作者简介: 郑静(1973-),女,副教授,博士,主要从事分析化学研究, E-mail: kkzhengjing707@163.com.

1, 2-苯并异噻唑啉-3-酮溶液, 在水溶液中吸光度最大, 我们在实验中选取以蒸馏水为溶剂.

2.2 标准曲线的绘制

取 1, 2-苯并异噻唑啉-3-酮标准品, 精密称定, 用蒸馏水分别配制成一系列不同浓度的溶液, 按照实验方法, 扫描吸收曲线, 结果如图 2 所示, 吸光度和溶液的浓度在 $6.755 \times 10^{-6} \sim 4.728 \times 10^{-5}$ mol/L 范围内呈良好的线性关系, 以对照品溶液浓度 $C(10^{-5}$ mol/L) 为横坐标, 吸光度 A 为纵坐标进行线性回归, 得回归方程为 $Y = -0.0071 + 0.21254X$ (X 为 10^{-5} mol/L), $R = 0.9999$, 按照信噪比为 3 计算, 得到 1, 2-苯并异噻唑啉-3-酮的最低检测限为 1.298×10^{-6} mol/L.

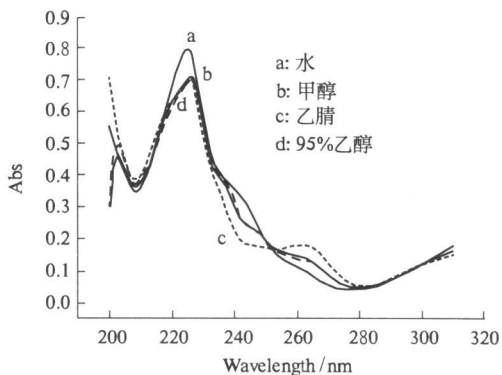


图 1 1, 2-苯并异噻唑啉-3-酮的紫外吸收光谱图

Fig. 1 UV spectra of 1,2-Benzisothiazolin-3-one in water

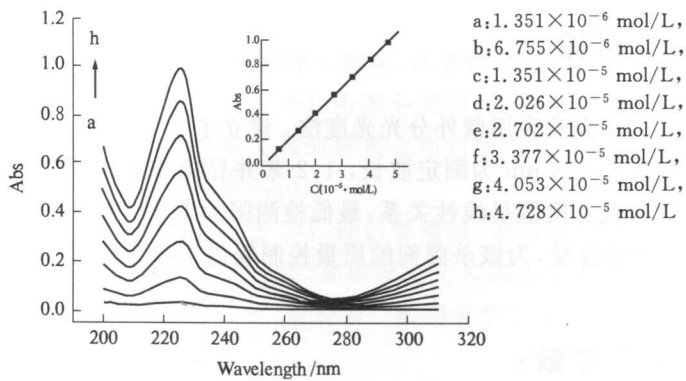


图 2 不同浓度的 1, 2-苯并异噻唑啉-3-酮的紫外吸收光谱图(插图为线性曲线)

Fig. 2 UV spectra of 1,2-Benzisothiazolin-3-one at different concentrations

2.3 精密度试验

取 1, 2-苯并异噻唑啉-3-酮标准品 5 份, 精密称定, 用蒸馏水稀释成 2.026×10^{-5} mol/L 的 1, 2-苯并异噻唑啉-3-酮溶液, 分别测定其吸收值(结果见表 1), 其 RSD 为 0.067%, 表明本方法精密度良好.

2.4 稳定性试验

精密称取 1, 2-苯并异噻唑啉-3-酮, 用蒸馏水配制成浓度为 3.377×10^{-5} mol/L 的溶液, 按照 1.2 节的试验方法每隔 30 min 测定一次吸收值, 结果表明供试品的吸收值很稳定, 在 24 h 内其 RSD 为 0.058%.

2.5 回收率试验

取一定量的 1, 2-苯并异噻唑啉-3-酮样品, 精密称定, 置于 100 mL 量瓶中, 加蒸馏水稀释定容, 测定吸收度值. 为了考察方法的可行性, 投入不同量的 1, 2-苯并异噻唑啉-3-酮标准品, 制成高、中、低 3 种不同质量的样品各 3 份, 按“标准曲线的绘制”项进行测定并回收, 计算回收率, 结果见表 2.

表 1 精密度测定结果

Tab. 1 Results of precision

序号	吸光度/A	平均值/A	RSD/%
1	0.427 9	0.427 5	0.067
2	0.427 0		
3	0.427 5		
4	0.427 4		
5	0.427 5		

表 2 回收率试验结果

Tab. 2 The results of recovery

编号	已知量/mg	加入量/mg	测得量/mg	回收率/%	RSD/%
1	0.019 5	0.015 7	0.035 9	104.46	0.013 4
2	0.019 5	0.019 5	0.039 7	103.59	
7	0.019 5	0.023 5	0.043 4	101.70	

2.6 样品测定

精密称取 1, 2-苯并异噻唑啉-3-酮样品 0.025 5 g, 溶于 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 充分振摇后, 再稀释 100 倍测定吸光度值, 计算百分含量, 结果见表 3.

表3 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮样品测定结果

Tab. 3 Determination results of 1,2-Benzisothiazolin-3-one

次数	吸光度	百分含量/%	平均值/%	RSD/%
1	0.679 3	95.81		
2	0.679 2	95.80	95.81	0.004 9
3	0.679 3	95.81		

3 讨论

本实验采用紫外分光光度法,建立了1,2-苯并异噻唑啉-3-酮的分析方法,以蒸馏水为溶剂,选取最大吸收波长 225 nm 为测定波长,1,2-苯并异噻唑啉-3-酮的浓度在 $6.755 \times 10^{-6} \sim 4.728 \times 10^{-5}$ mol/L 范围内浓度与吸光度值呈线性关系,最低检测限为 1.298×10^{-6} mol/L,该法简单,准确,用来测定1,2-苯并异噻唑啉-3-酮的含量,为该杀菌剂的质量控制提供了参考依据。

参考文献:

- [1] 倪越,严万春,耿金懿,等.新工业防霉杀菌剂1,2-苯并异噻唑啉-3-酮的研制[J].精细与专用化学品,2004,12(20):21-22.
- [2] 王向辉,杨建新,贺永宁,等.N-2-苯甲酰基苯并异噻唑啉-3-酮硫代甲酰胺类化合物的合成及生物活性[J].精细化工,2008,25(8):771-774.
- [3] 方永勤,张雁.N-甲基-1,2-苯并异噻唑啉-3-酮的合成研究[J].化学世界,2009,50(6):361-363.
- [4] 梁爽.苯并异噻唑啉酮在水性涂料防腐中的应用[J].上海涂料,2008,46(10):32-35.
- [5] 贺永宁,袁文,王向辉,等.2-(N-苯基甲酰胺基)苯并异噻唑啉-3-酮类化合物的合成及生物活性测试[J].海南大学学报:自然科学版,2007,25(4):345-348.
- [6] Jacobson A H, Willingham G L. Sea-nine antifoulant: an environmentally acceptable alternative to organotin antifoulants [J]. The Science of the Total Environment, 2000, 258 (1): 103-110.
- [7] Zani F, Vicini P, Incerti M. Synthesis and antimicrobial properties of 2-(benzylidene-amino)-benzo[d]isothiazol-3-ones [J]. European Journal of Medicinal Chemistry, 2004, 39(2): 135-140.
- [8] 赵明仁,沈雁平,赵西展.非水滴定法测定苯并异噻唑啉酮地含量[J].化学世界,1989,30(8):114-117.
- [9] 张雯.高效液相色谱外标法测定杀菌防腐剤 BIT [J].生命科学仪器,2008,6(12):44-46.

Determination of 1,2-Benzisothiazolin-3-one by UV Spectrophotometry

ZHENG Jing, CHEN Yan-qing, GONG Chen, HUANG Huan
(College of Chemistry and Chemical Engineering, Shanghai University of
Engineering Science, Shanghai 201620, China)

Abstract: UV spectrophotometry for the determination of 1,2-Benzisothiazolin-3-one was developed. 1,2-Benzisothiazolin-3-one was solved in water and the determination wavelength was set at 225 nm. The absorbance was proportional to the concentration in the range of 6.755×10^{-6} mol/L \sim 4.728×10^{-5} mol/L and the recovery in real sample was 103.25%. The assay proved to be well reproducible, accurate, simple and reliable.

Key words: 1,2-Benzisothiazolin-3-one; UV spectrophotometry; determination