

# 反相高效液相色谱法测定五氯硫酚锌盐

麻晓岚,林文伟,朱俊飞

(浙江寿尔福化学有限公司,浙江 缙云 321400)

**摘 要:**采用反相高效液相色谱法,以二甲基亚砷:甲醇(1:1)作溶剂,甲醇:水:磷酸(95:5:0.1)作流动相,紫外可见检测器(254 nm)测定了五氯硫酚锌盐及杂质六氯苯的含量。本方法操作简单、精密度好、线形好、回收率高,可方便地进行实际应用。

**关键词:**五氯硫酚锌盐;高效液相色谱;六氯苯

**中图分类号:**O658

**文献标识码:**A

**文章编号:**1671-8798(2003)S0-0092-03

五氯硫酚锌盐是一种很好的橡胶塑解剂<sup>[1]</sup>,应用范围广,前景好,产品大量远销欧美。历年来,五氯硫酚锌盐含量测定均采用燃烧法<sup>[2]</sup>,通过测定其锌和氯的含量,来衡量其质量,测定手续烦琐并且误差较大,特别是无法测定其主要杂质六氯苯(毒性大),严重影响了五氯硫酚锌盐的进一步开发和应用。至今,国内还没有用色谱法检测其含量的行业标准、国家标准及相关的文献报道。与多家国外客户沟通检测方法,一般也只是检测氯、锌含量、测定灰份、挥发份和粒度等,尚无用液相色谱法测定的方法。本文通过样品溶剂和流动相的选择,建立了五氯硫酚锌盐的 HPLC<sup>[3]</sup>测定方法,具有准确、快速、重现性好的特点,结果令人满意,为五氯硫酚锌盐打入国际市场提供了保障。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器和试剂

LC-10ATVP 液相色谱仪(日本岛津仪器公司);SPD-10AVP 紫外检测器(日本岛津仪器公司);CTO-10ASVP 恒温箱(日本岛津仪器公司);色谱工作站(浙江大学 N2000);超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司)。

二甲基亚砷(分析纯),磷酸(分析纯),甲醇(色谱纯),六氯苯(99.5%,江西产),五氯硫酚锌盐(99.5%,本公司自制)。

### 1.2 标准溶液和样品溶液配制

**五氯硫酚锌盐标样:**精确称取五氯硫酚锌盐标准样品 0.105 9 g 到 250 mL 容量瓶中,加入 125 mL 二甲基亚砷,在超声波清洗器中助溶 3 min,再以甲醇定容,待用。

**六氯苯标样:**精确称取六氯苯标准样品 0.105 5 g 到 250 mL 容量瓶中,加入 125 mL 二甲基亚砷,在超声波清洗器中助溶 3min,再以甲醇定容,待用。

**外标标样(五氯硫酚锌盐和六氯苯的混合标样):**准确吸取五氯硫酚锌盐标液 100 mL 和六氯苯标液 5 mL 于 250 mL 容量瓶中,再以甲醇定容并在超声波中充分混合。再分别吸取 5,10,30,60,100 mL 混合标准液于 5 个 100 mL 的容量瓶中,以甲醇定容。浓度分别为五氯硫酚锌盐 8.47,16.9,50.8,101.7,169.4  $\mu\text{g/mL}$ ,六氯

收稿日期:2003-09-30

作者简介:麻晓岚(1970—),女,质监部主任,浙江人,主要从事产品质量监察工作。

苯 0.42, 0.84, 2.53, 5.06, 8.44  $\mu\text{g/mL}$ 。

五氯硫酚锌盐样品溶液:精确称取五氯硫酚锌盐样品 0.1 g 至 250 mL 容量瓶中,加入 125 mL 二甲基亚砜,在超声波清洗器中助溶 3 min,再以甲醇定容。用微孔滤膜过滤后,吸取 60 mL 滤液再用甲醇定容至 100 mL,待用。

### 1.3 色谱条件

色谱柱:Kromasil C-18(200 mm  $\times$  4.6 mm ID, 5  $\mu\text{m}$ ),检测波长:254 nm,流动相:甲醇:水:磷酸 = 95:5:0.1,流速:1.0 mL/min,进样量:20  $\mu\text{L}$ 。

### 1.4 样品测定

在上述色谱条件下,待仪器工作状态稳定后,连续注入数次标样,直至相邻两次标样峰面积之差小于 1.0%,然后按标样、试样顺序交替进样分析。

### 1.5 计算

将测得的试样溶液以及前后两标样溶液的峰面积分别平均;以质量分数表示五氯硫酚锌盐的含量,按下式计算:

$$X = \frac{A_2 \times M_1 \times P}{A_1 \times M_2}$$

式中: $A_1$ ——标样峰面积平均值, $A_2$ ——试样峰面积平均值, $M_1$ ——标样质量, $M_2$ ——试样质量, $P$ ——标样纯度(%), $X$ ——样品中五氯硫酚锌盐含量(%)。

## 2 结果与讨论

### 2.1 溶剂的选择

曾选用甲醇、乙腈、四氢呋喃、氯仿、DMF 作溶剂,溶解五氯硫酚锌盐,结果都不能完全溶解,故一直用燃烧法测定它的锌、氯含量来间接获得其含量。选用二甲基亚砜后,溶解性能较好,但由于二甲基亚砜熔点(18.45 $^{\circ}\text{C}$ )较低,气温低时易结晶而影响测定,所以在二甲基亚砜溶解样品后再用甲醇作疏散剂,比较理想。

### 2.2 色谱分离条件的选择

流动相用纯的甲醇、乙腈都不能分离六氯苯杂质峰。以甲醇:水 = 95:5 或乙腈:水 = 95:5 时,能分离六氯苯杂质峰,但色谱峰形不好,且分析时间也较长。实验中加入磷酸二氢钠和磷酸氢二钠作改性剂,对分离有较好的效果,但易造成泵和进样阀堵塞;用乙酸作改性剂,出峰时间拉长,也不合适。采用磷酸改性,以甲醇:水:磷酸 = 95:5:0.1 作流动相,可以得到较好的分离效果。样品分析结果见图 1。

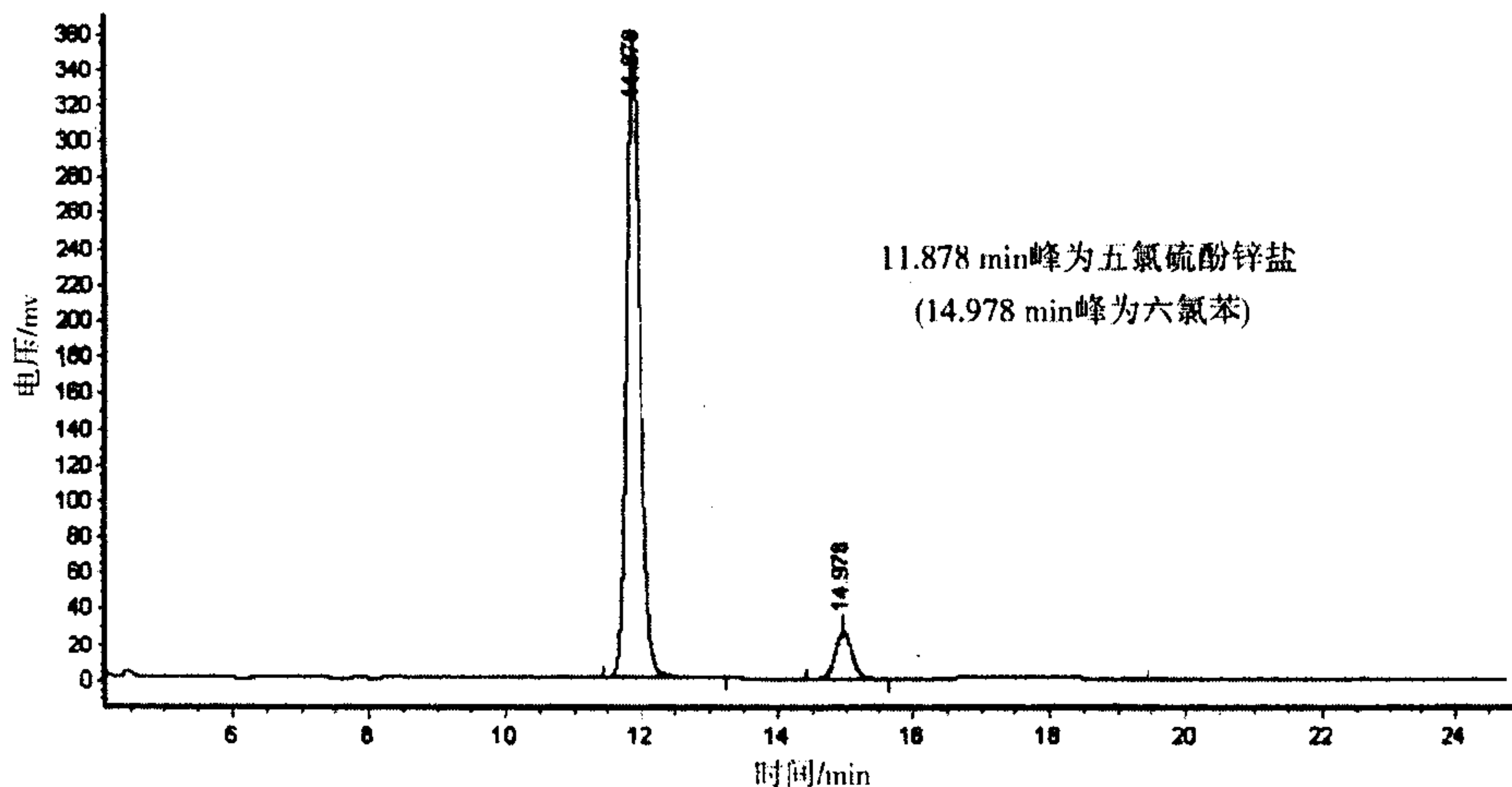


图1 五氯硫酚锌盐 HPLC 谱图

### 2.3 标准曲线制作

以峰面积( $A$ )为横坐标,浓度( $C$ )为纵坐标作图,得到线性回归方程:五氯硫酚锌盐  $C = 7.27 \times 10^{-5} A - 0.852$ ,相关系数 0.999 9;六氯苯  $C = 1.28 \times 10^{-5} A + 0.964$ ,相关系数 0.999 8。试验结果表明,线性良好。



## 2.4 方法的回收率

在已知含量的试样中加入一定量的标准样品,按本法进行色谱分析,结果见表 2。试验结果表明,五氯硫酚锌盐的回收率为 99.84% ~ 100.01%,六氯苯的回收率为 98.69% ~ 100.28%,说明本方法准确性良好。

表 2 方法回收率测定结果

组 分	加入量/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$		实测值/ $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$		回收率/%	
五氯硫酚锌盐	8.47	16.94	8.47	16.93	100.01	99.94
	50.83	101.66	50.79	101.43	99.92	99.77
	169.44		169.17		99.84	
六氯苯	1.05	2.11	1.06	2.11	100.28	99.81
	6.33	12.66	6.29	12.51	99.30	98.83
	21.10		20.82		98.69	

## 2.5 方法的精密度

为考察本方法的精密度,对同一样品进行 5 次重复测定,结果五氯硫酚锌盐含量平均值 87.59%,标准偏差 0.22, RSD 为 0.25%,杂质六氯苯含量平均值为 2.90%,标准偏差 0.02, RSD 为 0.55%。因此,本方法能满足样品的测定要求。

## 3 结 论

综上所述,在选定色谱条件下分析五氯硫酚锌盐和六氯苯,具有灵敏度高,操作简单等特点,且分离完全,峰形对称,分析时间短,并有较好的精密度、准确度,线性关系良好,可以进行实际样品的分析。

### 参考文献:

- [1] 周宏斌,王国栋. 国产子午线轮胎专用标准胶 SCR-RT 与 SMR20 的性能对比[J]. 轮胎工业, 2000, 20(2): 86-88.
- [2] 王才良. 中国化工产品分析方法手册[M]. 北京:农业出版社, 1992.
- [3] 史景江,马熙中. 色谱分析法(第二版)[M]. 重庆:重庆大学出版社, 1995.

## Determination of Zinc salt of phentachlorothiophenol by HPLC

MA Xiao-lan, LIN Wen-wei, ZHU Jun-fei  
(Zhejiang shou & fu chemical Co. Ltd, Jinyun 321400, China)

**Abstract:** Zinc salt of phentachlorothiophenol and Hexachloro-benzene were determined by reverse HPLC using DMSO/CH<sub>3</sub>OH(1:1) as solvent and CH<sub>3</sub>OH/H<sub>2</sub>O/H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> as mobile phase. The UV detection was applied with wavelength of 254 nm. The linearity and the recovery of the method is good. It is simple, accurate and convenient that the method is to be utilized.

**Key words:** Zinc salt of pentachlorothiophenol; PHLC; Hexachloro-benzene