

应用技术

反相高效液相色谱法测定 木材防腐剂中戊唑醇含量

沈长生

(中国物流与采购联合会木材保护质量监督检验测试中心, 北京 100834)

摘要: 鉴于戊唑醇优异的杀菌功效, 目前已逐渐被引入木材防腐行业。然而, 对于木材防腐剂中戊唑醇的检测, 尚处于研究阶段。本试验采用反相高效液相色谱法, 样品回收率可达97.7%。该方法简单、有效, 可用于对木材防腐剂中戊唑醇的定量分析。

关键词: 液相色谱法; 反相高效液相色谱法; 木材防腐剂; 戊唑醇

中图分类号: S782.39

文献标识码: B

文章编号: 1001-8654(2008)06-0043-02

Determination of Tebuconazole in Wood Preservative Formulations by RP-HPLC

SHEN Chang-sheng

(China Federation of Logistics and Purchasing Wood Protection Quality Supervision and Testing Center, Beijing 100834, China)

Abstract: Tebuconazole preservatives, has been gradually introduced into the wood industry. However, lack of rapid and accurate determination of Tebuconazole content in preservative treated wood prevents establishing an effective way for process and quality control. Reversed-phase high performance liquid chromatography (RP-HPLC) has been identified in this study as a simple and effective method for determination of the tebuconazole content in a wood preservative.

Key words: liquid chromatography; RP-HPLC; wood preservative formulations; tebuconazole

随着全球性木材资源的短缺和人们生活需求的日益增大, 在努力扩充本国木材蓄积量的同时, 如何有效地延长木制品的使用周期, 已成为了木材保护研究的主要方向。木材经过防腐处理, 通常可比未处理的木材延长使用寿命5~6倍。目前, 国内使用的木材防腐剂还主要以铜铬砷(CCA)为主。这类防腐剂富含铬、砷类危害性物质, 随着人们环保意识的增强, CCA不断遭受社会各界的非议, 在美国、欧洲等地民用产业已经禁止使用。以铜唑为代表的新一代环保型防腐剂亦已进入中国市场。

铜唑类防腐剂是由铜、硼、戊唑醇复配的新一代环保型防腐剂, 具有优异的杀菌效力和良好的环保性能。对于该类产品中的铜、硼元素属常规检测, 已为

大多数检测机构和高等院所掌握, 但对于木材防腐剂中的戊唑醇, 则需要采用高端分析手段, 对此, 国内专业媒体也鲜有报道。

笔者结合国外部分文献报道^[1]和长期试验, 探索出一套对铜唑类防腐剂中戊唑醇含量的检测方法, 可适合对木材防腐剂中戊唑醇的定量分析, 以期对木材防腐行业提供新型、准确的检测方法。

1 材料与方法

戊唑醇(Tebuconazole)为三唑类杀菌剂, 化学名称: (RS)-1-(4-氯苯基)-4,4-二甲基-3-(1H-1,2,4-三唑-1-基甲基)-戊-3-醇^[2]。本品属甾醇脱甲基化抑制剂, 对病菌表现为抑菌作用, 属低毒杀菌剂。

1.1 材料

试剂 铜唑防腐剂, 市售; 戊唑醇标准品, 98%, 德国进口; 乙腈, HPLC级, 德国默克公司; 磷酸, 试剂

收稿日期: 2008-02-22; 修改日期: 2008-10-07

作者简介: 沈长生(1982-), 男, 中国物流与采购联合会木材保护质量监督检验测试中心助理工程师。

级,北京试剂公司售;水,HPLC级,自制。

试验仪器 2695 高效液相色谱仪,2487 紫外检测器,XBridge C18 色谱柱,均为美国 Waters 公司产品;溶剂过滤器,天津奥特赛斯仪器有限公司;样品过滤针,北京试剂公司售。

1.2 方法

1) 样品前处理 称取铜唑防腐剂约 1 g,放入 V(乙腈):V(水)=60:40 的溶液中溶解,再用 20%磷酸调 pH≈7,然后用水稀释至 50 mL。用样品过滤针过滤之后,置于 2 mL 样品瓶中。

2) 标准品的配置 将戊唑醇标准品在 80 ℃ 条件下烘 2 h,准确称取 0.102 g,用乙腈溶液(体积分数同上)溶解后,定容至 250 mL,则戊唑醇标准溶液的质量浓度为 400 mg/L。

3) 检测波长选取 将戊唑醇标准品在紫外检测器下进行全波长扫描,发现标准品在紫外波长 195 nm 下的吸光度较高,适合针对该类产品的检测,故选定检测波长为 195 nm。

4) 色谱条件 XBridge C18 色谱柱(4.6 mm×150 mm,5 μm);流动相:V(乙腈):V(水)=60:40;流速:1.0 mL/min;检测波长:195 nm;进样量:10 μL。

2 结果与分析

2.1 色谱图及标准曲线

1) 色谱图 在上述色谱条件下所得色谱图见图 1。

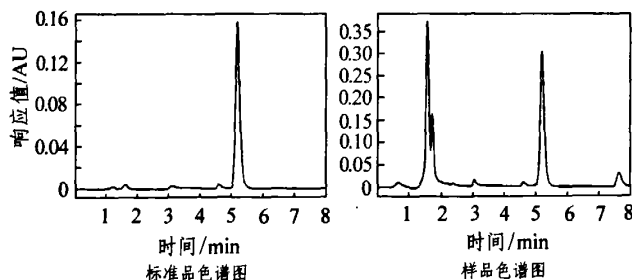


图 1 色谱图

Fig. 1 Spectrum of liquid chromatography

2) 标准曲线 将 400 mg/L 标准溶液稀释成质量浓度为 15、30、45、60 mg/L 的溶液。分别进样后,测定峰面积。以质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标进行线性回归,线性回归方程见图 2。

2.2 样品回收率分析

为验证测试结果的精确度和重现性,对每个样品均进行重复进样 3 针,所得相对标准偏差(RSD)<1.0%;为了验证该方法的准确性,做了样品回收率试

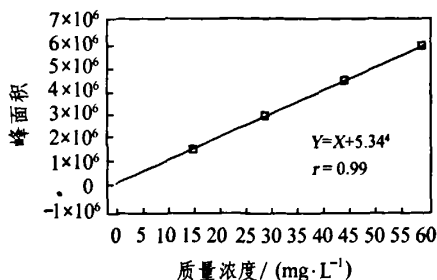


图 2 线性回归方程

Fig. 2 Correlation between actual and calculated tebuconazole content

验。采用内标法,向样品中加入已知质量浓度的标准溶液,通过统计计算,结果显示,平均回收率为 97.7%(见表 1)。

表 1 样品回收率测定

Tab. 1 Determination of sample recovery rate

序号	$\rho(\text{样品})/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	加入量/ $(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	总量/ $(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	测得量/ $(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	回收率/%	平均回收率/%
1	9.909	14.7	24.609	24.206	98.4	
2	9.899	14.7	24.599	24.045	97.7	
3	10.417	14.7	25.117	24.279	96.7	
4	5.849	14.7	20.549	19.444	94.6	
5	5.861	14.7	20.561	19.530	95.0	97.7
6	5.757	14.7	20.457	19.141	94.5	
7	12.639	14.7	27.339	27.604	99.0	
8	12.468	14.7	27.168	27.602	101.5	
9	12.452	14.7	27.152	27.673	101.9	

2.3 计算

将所测结果按下式进行计算,可得到木材防腐剂中戊唑醇的含量。

$$\text{防腐剂中戊唑醇含量}/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}) = \frac{\text{测得戊唑醇含量 mg/L} \times 50\text{g}}{\text{样品质量 g}}$$

3 结论

运用反相液相色谱法测定木材防腐剂中的戊唑醇,可采用峰面积积分的方式。通过样品回收率的测定,验证了该方法的准确性,可以用于木材防腐剂中戊唑醇的定量分析。

参考文献:

- [1] A28-05, American Wood-Preservers Association Standard[S].
- [2] Mohd Marsin Senagi. High temperature high performance liquid chromatography of triazole fungicides on carbon-clad zirconia stationary phase[J]. Malaysian Journal of Chemistry, 2004, (6) 1:055-066.

(责任编辑 鲍加芬)