

稀禾啉在大豆上的残留量测定*

刘伊玲 郑树源 范志先 魏景全 付式平

(吉林农业大学)

关于稀禾啉的残留测定方法,文献报道不多,仅见Hsiao、Smith等人^(1、2)用生测法测定土壤中稀禾啉的残留量。本文所用方法系根据日本曹达公司提供的紫外分光光度法⁽³⁾,在测定过程中对其进行了某些改进,在大豆籽粒中的添加回收率由原法的78.6%平均提高到84%,检测极限为0.2ppm(50克豆样)。1983—1984年两年试验结果表明,在收获的大豆及土壤中,稀禾啉的残留量均小于检出极限。

一、测定方法

(一) 仪器、试剂

1. 仪器

SP-700型紫外分光光度计(英国制造)
植物粉碎机 振荡机(国际型) 离心机
(4000转/分) 恒温磁力搅拌器等

2. 试剂

助滤剂: Celite 545(进口分装)
甲醇: 分析纯、两次重蒸馏
正己烷: 化学纯、酸碱处理后两次重蒸馏
二氯甲烷: 分析纯、两次重蒸馏
氢氧化钠、盐酸、过氧化氢、硫代硫酸钠
均为优级纯

稀禾啉标准品: 99.29%(日本曹达公司提供)

(二) 标准曲线的绘制

将稀禾啉标准品用0.1N氢氧化钠配成含稀禾啉12.5ppm的母液,从中取出1、2、4毫升,分别置于50毫升容量瓶中,用0.1N氢氧化钠稀释至刻度,成为含稀禾啉0.25、0.5、1ppm的标准溶液。将50毫升标准液全部转至100毫升烧杯中,用1N盐酸调溶液至pH5~6,加入2毫升30%过氧化氢,在25°C恒温水浴中保持20分钟,使稀禾啉氧化成亚砷化合物,然后用浓盐酸调至pH1~2,转移到分液漏斗中,

加入同体积的甲醇,用100毫升正己烷分两次萃取甲醇水溶液;弃掉正己烷,用100毫升二氯甲烷分两次萃取甲醇水溶液,使稀禾啉进入二氯甲烷层,准确加入25毫升0.2N氢氧化钠,充分振荡使稀禾啉全部进入碱液,供测定。在测定前,需将待测液置于小烧杯中,在40°C恒温下磁力搅拌4小时,再在30°C恒温下静置48小时,使过量的过氧化氢分解逸失后,方能供紫外分光光度计测定。

测定条件: SP-700型紫外分光光度计,1厘米石英槽,用0.1N氢氧化钠作参比。每一浓度在420~300波数范围内自动扫描绘制紫外光谱图。

用基线法求出校正吸光度比值为纵坐标,已知标准样浓度为横坐标,绘制标准工作曲线。

(三) 样品的制备、提取与净化

1. 样品的制备

大豆: 将大豆加少许干冰在粉碎机中磨碎,待CO₂挥发后,称取50克备用。

土壤: 每一小区按对角线随机采取混合土样,取土深度0~6厘米,风干后过20目筛,称取50克备用。

2. 样品的提取

取50克粉碎的大豆(或50克土壤)置碘量瓶中,加入150毫升含80%甲醇的水液(内含1.5克硫代硫酸钠)振荡3分钟,使其通过1~2厘米厚的助滤剂Celite 545层减压抽滤,用150毫升50%甲醇水溶液(含1.5克硫代硫酸钠)分三次淋洗滤饼,滤液中加入浓盐酸酸化,并加入5克氯化钠置分液漏斗中以备净化。

3. 用液-液分配进行净化

用300毫升正己烷分两次萃取上述滤液,

* 承辛明远同志提供大面积豆样,特此致谢。

如果分层不明显,可用离心机(4000转/分)离心2分钟,使稀禾啶转入正己烷,用100毫升0.1N氢氧化钠分两次萃取正己烷层,使稀禾啶进入碱液,用浓盐酸酸化碱液至pH1~2,用100毫升二氯甲烷分两次进行萃取,使稀禾啶转入二氯甲烷层,用50毫升0.1N氢氧化钠萃取二氯甲烷层,使稀禾啶进入碱液(若碱液浑浊需离心半分钟),用1N盐酸调碱液至pH5~6,加入2毫升30%过氧化氢,在25°C恒温水浴中保持20分钟,使稀禾啶氧化成亚砷化合物,用浓盐酸调至pH1~2,加入50毫升甲醇,用100毫升正己烷分两次萃取甲醇水溶液,弃掉正己烷。用100毫升二氯甲烷再次萃取甲醇水溶液,使稀禾啶转入二氯甲烷,准确加入25毫升0.2N氢氧化钠萃取二氯甲烷层,使稀禾啶全部进入碱液,此碱液需在40°C恒温下磁力搅拌4小时,再在30°C恒温下静置48小时,供紫外分光光度计测定。

(四) 回收率测定

取50克粉碎的豆样或50克风干土壤分别加入20微克、50微克稀禾啶标准品,按上述抽提和净化步骤操作。测定结果表明,大豆平均回收率为82.1~86.2%土壤平均回收率为93.9~

95.6%。

三、试验结果

两年来根据对山东、吉林两地小区试验的大豆样品及黑龙江红兴隆农场提供的大面积施用稀禾啶的大豆样品的测定结果表明,无论施药量1.5公升/公顷(有效成分为20克/亩),还是3公升/公顷(有效成分为40克/亩)都未从大豆籽粒中检出稀禾啶,处理的豆样与空白豆样的紫外光谱图几乎相同。

本法检出极限偏高(0.2ppm),但用于测定大豆及土壤中的稀禾啶残留量是可行的(美国环保局规定稀禾啶在大豆中的残留量为10ppm⁽⁴⁾)。

参 考 文 献

- [1] A.T.Hsiao等 *Weed Research* 23 231~236 (1983)
- [2] Allan E.Smith等 *Weed Research*, 23 253~257 (1983)
- [3] Analytical Method for Residues of NP-55 in Crops (UV Method), Nippon Soda Co., Ltd. (1981)
- [4] Susumu Okunuki, World Gramineous Plants, Nippon soda Co.Ltd. (1984)

收稿日期: 1985.4.30

责任编辑: 姜雅君