

多菌灵在大青叶中残留量测定方法研究

中国医学科学院中国协和医科大学药用植物研究所(北京 100094)
北京师范大学化学系

薛健 陈建民
葛兴 云自厚

多菌灵(carbendazim),化学名称 2-(甲氧基氨基甲酰)苯并咪唑[2-(methoxy-carbanmoyl)-benzimidazole]是一种高效低毒杀菌类农药,可用于防治多种植物病害。但因其仍有一定毒性^[1],所以对施用过这种农药的大青叶中残留量进行监测,首先研究其测定方法。多菌灵在农作物和蔬菜中残留测定方法已有报道,但是现有方法都不能很好地排除样品(大青叶)杂质的干扰。经多次试验、改进,得出一个简便、快速、准确的测定方法。

1 仪器和试剂

岛津 LC-4A 型高效液相色谱仪,SPD-1 型紫外检测器,旋转薄膜浓缩仪,K-D 浓缩器。

试剂:多菌灵标样纯度 >99% (农科院植保所提供),所用试剂均为分析纯,二次蒸馏水。

2 样品测定方法

2.1 样品前处理:取样品 20g,置于 100ml 三角瓶中,加 40ml 丙酮超声波提取 30min,过滤,再加丙酮 20、20ml 提取 2 次,合并滤液,30℃ 以下浓缩至 10ml 左右,加 50ml 2%NaCl 溶液,摇匀后加 10ml 2mol/L HCl 溶液,然后用 20ml CH₂Cl₂ 萃取脱色,弃去 CH₂Cl₂ 相,水相用 2mol/L 的 NaOH 调 pH 至 6.5~7.0,再用 CH₂Cl₂ 萃取 3 次(20、15、15ml),合并萃取液,30℃ 下浓缩至适量后,转移至 K-D 瓶中,加适量甲醇,继续浓缩至除去 CH₂Cl₂,用甲醇定容至 1ml, HPLC 检测。

2.2 色谱条件:色谱柱:ODS 柱,4.5×150mm;流动相:2%NH₃Ac 溶液-甲醇(6:4),1ml/min。柱温 30℃;进样量 40μl;紫外检测器波长 277nm。色谱图见图。

2.3 标准曲线绘制:配 200μg/ml 的标准溶液,再稀释成 0.2~0.5μg/ml 的系列溶液,进样 40μl,得标准曲线 $C = 7.03 \times 10^{-5}A + 0.148$, $r = 0.9992$ 。

3 实验结果讨论

3.1 样品前处理方法的确定:采用超声波提取,既尽可能提取完全又可避免浸泡提取耗时及回流提取的高温引起的损失,在后面的浓缩步骤中也应特别注意高温引起的损失,因为多菌灵稳定性差,在浓缩至微量时很容易逸失。

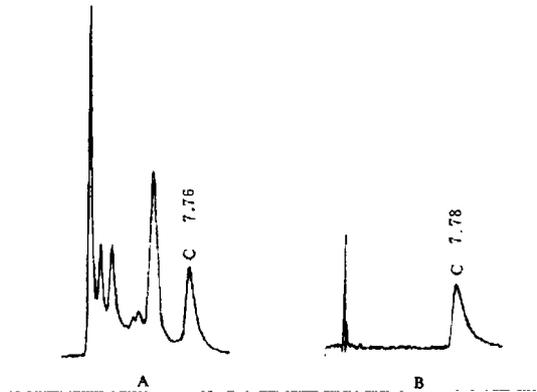


图 1 大青叶中多菌灵色谱图

A-大青叶(添加样品) B-标样
C-多菌灵峰

3.2 色谱条件的选择:在本试验中,在柱子固定的条件下,对多种流动相进行了试验,结果都不理想,最后采用本文述系统并配合柱子恒温 30℃,得到满意分离效果。

3.3 方法添加回收率测定:取同一批号空白样若干份,添加一定量标准溶液使样品中多菌灵浓度分别为 0.5μg/ml、1.0μg/ml、2.0μg/ml,各浓度水平分别做 4 份,回收率为 75%~78%。

添加浓度 2.0μg/ml 的 4 次重复测定平均为 1.56μg/ml,标准差 0.01,相对标准偏差 0.6%。

3.4 利用文述方法,测定了本单位种植的大青叶,距采收期 15d,用推荐用量喷施了多菌灵,采收期收获的大青叶中未检出多菌灵,即残留量低于 0.02μg/g。

(1995-05-22 收稿)