

烯酰吗啉在土壤中残留测定方法研究

朴秀英¹, 吴凌云², 邹积鑫², 石洁¹, 陶传江¹, 姜辉¹

(1. 农业部农药检定所, 北京 100026; 2. 中国农业大学理学院, 北京 100094)

Determination of Dimethomorph Residue in Soil

Piao Xiuying, Shi Jie, Tao Chuanjiang, Jiang Hui (Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture, Beijing 100026)

Wu Lingyun, Zou Jixin (Department of Applied Chemistry, China Agriculture University, Beijing 100094)

Abstract: A method for the determination of Dimethomorph residue in soil was introduced in this paper. The soil samples were extracted using acetone and ethyl acetate, cleaned up by SPE (Florisil column) and determined by HPLC. The average recoveries of three kinds of soil were 85.4%~94.8%, 79.8%~92.9% and 81.2%~94.8%; The RSD were 3.36%~5.02%, 2.64%~6.48% and 1.90%~3.06% respectively.

Key words: dimethomorph; soil; residue; determination

摘要: 本文确立了烯酰吗啉 3 种土壤中的分析方法。土壤样品用丙酮提取, 正己烷和乙酸乙酯液液萃取, 用固相萃取法 (弗罗里硅土小柱) 净化, 然后用液相色谱检测。烯酰吗啉在吉林黑土、河南二合土和江西红土中平均回收率分别为 85.4%~94.8%, 79.8%~92.9% 和 81.2%~94.8%; 相对标准偏差分别为 3.36%~5.02%, 2.64%~6.48% 和 1.90%~3.06%。

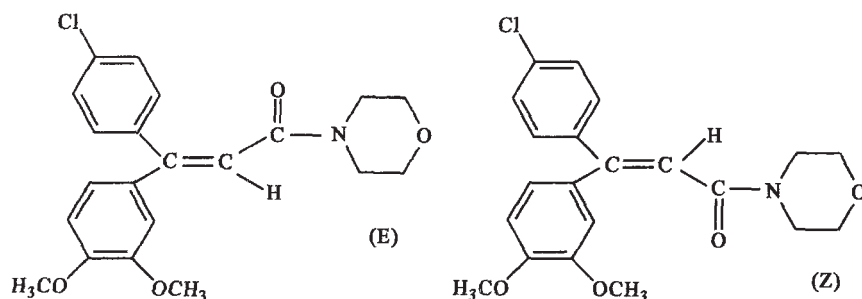
关键词: 烯酰吗啉; 土壤; 添加回收

中图分类号: S481⁺.8 文献标识码: A 文章编号: 1002-5480(2006)01-07-03

1 前言

烯酰吗啉 (dimethomorph), 商品名有安克等, 化学名称为 4-[3-(4-氯苯基)-3-(3,4-

二甲氧基苯基) 丙烯酰基]吗啉。CAS 号为 110488-70-5, 分子式为 $C_{21}H_{22}ClNO_4$, 分子量为 387.9^[1]。其结构式为:



收稿日期: 2005-10-28

本文利用液相色谱研究烯酰吗啉在3种土壤中的分析方法。

2 实验

2.1 仪器、试剂和标准样品

2.1.1 仪器及设备 Waters 2695 液相色谱仪配 2996 二极管阵列检测器、Empower 工作站、电子天平 (BP2110D)、振荡器 (ZP-200)、旋转蒸发器 (Buchi-801)、SPE 小柱 (Florisil, 500mg, 6mL)。

2.1.2 试剂 丙酮、正己烷、二氯甲烷、无水硫酸钠 (430 下烘 5h, 置于干燥器内备用)、氯化钠, 均为分析纯; 超纯水 (过 0.45 μm)、乙腈 (色谱纯, 过 0.45 μm)。

2.1.3 标准样品 烯酰吗啉标准品 (纯度 98%), 由农业部农药检定所提供。

2.2 供试土壤 3种供试土壤分别为吉林黑土、河南二合土和江西红土, 其理化性质 (表 1)。

表 1 3种土壤理化性质

土壤	pH	有机质 含量/%	黏粒含 量/%	阳离子代换量 (mmol $\cdot$ kg $^{-1}$)
吉林黑土	8.14	1.08	20.9	37.7
河南二合土	8.22	0.770	12.1	24.5
江西红土	4.78	0.690	28.5	62.2

2.3 液相色谱条件 色谱柱: 4.6mm $\times$ 150mm C₁₈; 柱温: 40 ; 流动相 乙腈 水=1:1; 流速: 1mL/min; 进样量: 10 μL ; 运行时间: 10min。

2.4 样品前处理

2.4.1 提取 准确称取 20g 土壤样品于 300mL 三角瓶中, 加入 70mL 丙酮振荡 30min。准确移取 35mL 上清液置于 300mL 分液漏斗, 加入 5%的氯化钠溶液 50mL、乙酸乙酯和正己烷的混合溶液 (1:1) 30mL 振荡, 静置分层后收集有机相, 水相再用乙酸乙酯和正己烷的混合溶液 (1:1) 30mL, 振荡萃取 1 次。2 次萃取的有机相合并到三角瓶中, 通过装有无水硫酸钠的漏斗过滤到圆底烧瓶, 在

40 下旋转蒸发近干。

2.4.2 净化 固相萃取小柱 (弗罗里硅土, 500mg, 6mL), 先用 6mL 正己烷和丙酮的混合溶液 (7:3) 预淋洗。将样品转移到固相萃取小柱上, 再用 15mL 正己烷和丙酮的混合溶液 (7:3) 淋洗, 收集于圆底烧瓶。

2.4.3 浓缩与定容 在 40 下旋转蒸发、氮气吹干, 以乙腈定容, 待测。

3 结果

3.1 最佳吸收波长的选择 将烯酰吗啉标准溶液进样分析, 利用二极管阵列检测器进行扫描, 可得到烯酰吗啉的吸收波长-响应值的紫外吸收光谱图 (图 1)。因此选择 240nm 作为本方法的最佳吸收波长。

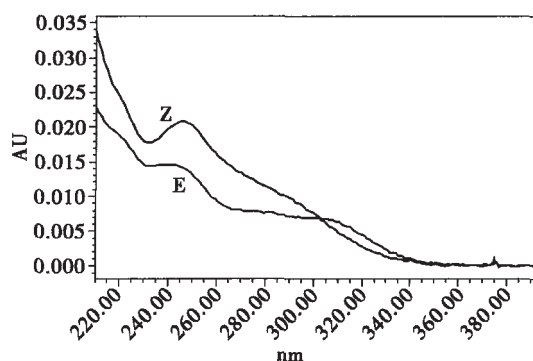


图 1 烯酰吗啉紫外吸收光谱图

3.2 标准曲线制作 准确称取一定量的烯酰吗啉标准品, 用乙腈定容, 配制成 $1.02 \times 10^3 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 母液, 再根据需要配制成不同浓度的标准溶液。用烯酰吗啉母液配成 0.102、0.205、0.512、1.02、2.05、4.09 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 一系列标准溶液, 在 2.3 仪器分析条件下检测, 以烯酰吗啉的浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制线性关系曲线 (图 2), 其线性方程为 $y=30\,420x+2\,128.5$, 相关系数 $R^2=0.999\,5$ 。

3.3 添加回收率 在 3 种供试土壤中分别添加烯酰吗啉 2.02、0.189、0.037 mg/kg , 设空白对照, 各 3 个重复, 按 2.4 的前处理方法提取、净化、浓缩、定容。烯酰吗啉的添加回收结果 (表 2)。

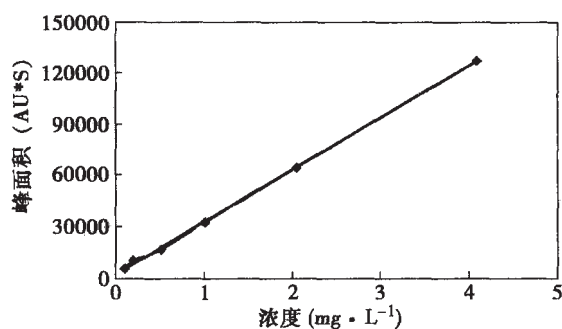


图2 烯酰吗啉标准曲线

表2 烯酰吗啉在土壤中的添加回收

添加浓度 ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	土壤类型	平均回收 率/%	相对标准 偏差/%
2.02	吉林黑土	91.8	3.36
	河南二合土	91.8	2.64
	江西红土	94.8	1.90
0.189	吉林黑土	85.4	5.02
	河南二合土	92.9	4.87
	江西红土	85.3	3.05
0.0377	吉林黑土	94.8	4.21
	河南二合土	79.8	6.48
	江西红土	81.2	3.06

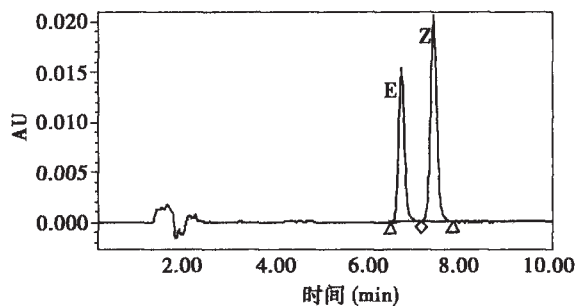


图3 烯酰吗啉标准品色谱图

4 结论

以上结果表明, 应用液相色谱分析土壤

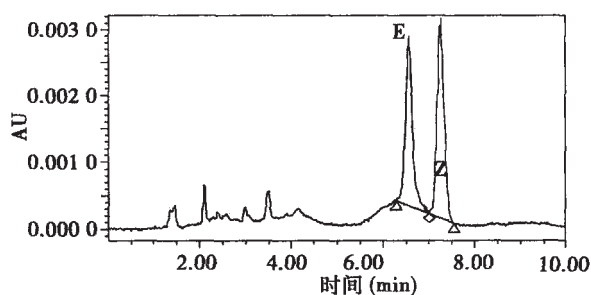


图4 烯酰吗啉吉林黑土添加回收样品色谱图

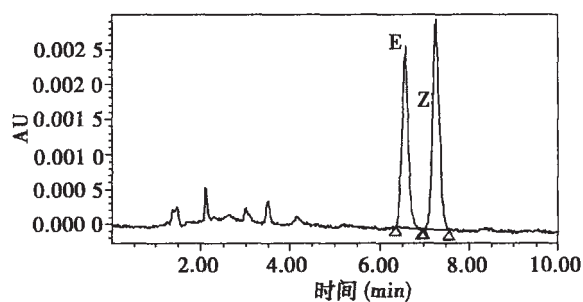


图5 烯酰吗啉河南二合土添加回收样品色谱图

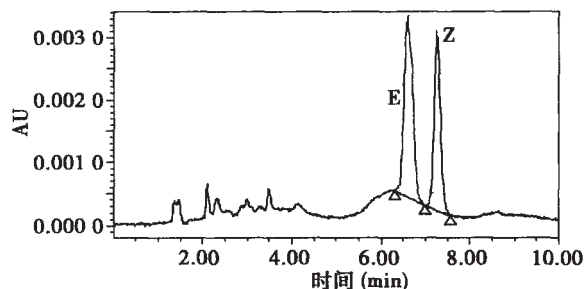


图6 烯酰吗啉江西红土添加回收样品色谱图

中的烯酰吗啉的含量, 具有较好的回收率和准确度, 满足农药环境行为研究的要求。

参考文献

- [1] 杨建湘, 黄超群, 熊莉莉. 烯酰吗啉原药的高效液相色谱分析. 精细化工中间体, 2003. 33 (4): 49~51.

