

【方法测定】

〔文章编号〕1004-8685 (2001) 06-0690-01

分光光度法测定红虾中的百草枯

罗晓芳, 王翠, 王国荣

(河南省职业病防治研究所, 郑州 450052)

〔中图分类号〕O657.3 〔文献标识码〕A

百草枯(1,1-2 甲基-4,4-连吡啶二氯化物)是一种除草剂,可致人中毒。文献^[1]中对百草枯的测定方法有较详细的叙述,但在实践中,有几个关键地方叙述不清,致使无法操作。第一,净化样品所用树脂没有说明用阳离子还是阴离子树脂;第二,样品过柱后,加连二亚硫酸钠前,是否要调节 pH;第三,每个样品需要测定 3 个波长处的吸光度,计算公式繁琐,并且没有说明具体的测定波长;第四,连二亚硫酸钠在小于 400nm 波段有很强的吸收,该法没有说明其用量,且没强调空白用量。本文针对上述问题进行了较为详细的探讨,结果表明,树脂必须用阳离子树脂;样品过柱后,必须将 pH 调至大于 10,然后再加连二亚硫酸钠;吸光度测定仅需在 396.8nm 处;连二亚硫酸钠用量要准确限量且空白用量也要与样品用量相同。

1 材料与方

1.1 仪器与试剂 UV-265 型紫外可见分光光度计(日本、岛津);20% 百草枯(市售);连二亚硫酸钠(AR)。

1.2 方

1.2.1 样品中百草枯的提取 称 40g 红虾(湿重)加入 20ml 浓硫酸,90ml 水,加数滴消泡剂,再加几粒玻璃珠(防止暴沸),加热回流 5h,冷却后加 500ml 水稀释,布氏漏斗过滤,用少量的水洗涤,移入分液漏斗,用 100ml 甲苯抽提 3 次,然后将水相移入烧杯,加 50% NaOH 中和其中的硫酸,再加入 5g EDTA-2Na,搅拌至全部溶解,然后用 NaOH 溶液调节 pH 至 9。

1.2.2 净化 柱的制备:柱内塞入一小团玻璃棉,加入 10ml 在水中沉降的阳离子树脂后,先用 50ml 饱和 NaCl,再用 50ml 水洗涤柱,树脂上面要始终覆盖一层水。每个样品测定时都必须用一根新制备的柱。

净化/洗脱:将已中和的溶液移入 1000ml 分液漏斗中,移入柱的上面,用支架固定,以 10~20ml/min 的速度使提取液过柱。以 5ml/min 的速度依次用 50ml 水、50ml 2NHCl、50ml 水、1/10 饱和氯化铵洗柱,弃去所有滤出液。以 0.5~1ml/min(每分约 10~12 滴)的速度用饱和氯化铵洗脱百草枯,收集 50ml 流出液。用固体 NaOH 调 pH 至大于 10。

1.2.3 测定 吸取 10ml 已调好 pH 的流出液,准确加入 50μl 5% 连二亚硫酸钠,混匀,同时取饱和氯化铵 10ml(pH 大于 10),准确加入 50μl 5% 连二亚硫酸钠,混匀,以此溶液作空白,立即在 396.8nm 处测定样品的吸光度。

1.2.4 工作曲线 以市售百草枯(20%,即 200mg/ml)为标准,逐级稀释为 40μg/ml 标准应用液。分别取 0,0.1,0.2,0.4,0.6,0.8,1.0ml 40μg/ml 百草枯标准液于 10ml 比色管中,用饱和氯化铵溶液(pH 大于 10)定容至 10ml 作为测定液。各管均准

确加入 50μl 5% 连二亚硫酸钠,混匀,于 396.8nm 处测定各管吸光度,以浓度为 X 轴,吸光度为 Y 轴,绘制标准曲线。

1.2.5 回收率 本法的回收率大于 80%。

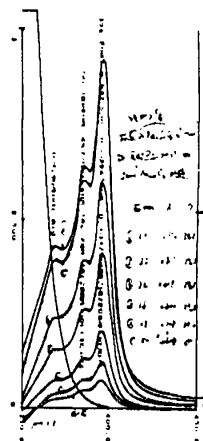
2 讨论

2.1 离子交换树脂 文献^[1]中未说明用何种树脂,通过实验我们得知,只有阳离子交换树脂才能吸附百草枯。

2.2 洗脱时的柱温 柱温越高,洗脱效率越高。当环境温度低于 20℃时,即使用 100ml 洗脱液也不能将百草枯完全洗脱下来。因此,环境温度较低时,应设法提高柱温,如用热毛巾将柱子包起来,加入 50℃以上的洗脱液等,以提高洗脱效率。

2.3 吸收波长应选择 396.8nm,如图,在不同浓度下的吸收光谱图,图中显示,在 396.8nm,386.2nm,369.4nm 处均有吸收,但 396.8nm 处吸收最大,且线性较好,回归方程为:

$$Y = 0.0126 + 0.2447X, r = 0.9992。$$



2.4 连二亚硫酸钠用量 连二亚硫酸钠在小于 400nm 波段有较强的吸收,因此加入量不宜过大,样品和空白用量应一致,本文在 10ml 测定液中加入 50μl 5% 连二亚硫酸钠。

2.5 提取液过柱后 pH 一般都达不到 9,连二亚硫酸钠必须在 pH 大于 9 时,才能使百草枯显兰色,因此提取液过柱后应调 pH 大于 10,方可加入连二亚硫酸钠,否则,就不能显色。

参 考 文 献

1 美国食品蔬菜农药残留量分析手册,湖南科技出版社,1990,665。

(收稿日期:2001-03-19)