

译文

# 高压液相色谱法测定马铃薯 中涕必灵的残留

## 摘 要

本文介绍马铃薯中涕必灵 (TBZ) 残留的提取、净化及用高压液相色谱荧光检测器定量的方法。采用键合硅胶吸附提取柱 (二醇相) 进行样品净化, 可以给出快速、准确的结果。

平均回收率为  $93.8\% \pm 2.1\%$ , 约  $0.0004\mu\text{g}$  涕必灵 (相当于每公斤鲜马铃薯中  $0.033\text{mg}$  涕必灵) 可以很容易地从马铃薯 (喷过涕必灵) 中检测出来。

## 1 前 言

2-(4-噻唑基)-1-H-苯并咪唑 (涕必灵) 是内吸性杀菌剂, 对种子及在马铃薯的贮存过程中, 按  $40\text{mg/kg}$  的剂量使用涕必灵能够抑制皮斑病, 银腐病, 干腐病和坏疽病的发生。

当前用于测定涕必灵残留的方法有紫外及荧光分光光度法和薄层色谱法, 但这些方法费时, 不适于作常规残留分析。涕必灵也可用气相色谱法分析, 但样品必须先进行衍生化, 增加这一步骤会造成样品损失。涕必灵还可以用高压液相色谱以紫外检测器或荧光检测器检测, 这类方法大多数在净化时采用在溶剂中分配, 回收率不稳定, 并且较麻烦, 不适于常规分析。

本文所报告的报告的方法是: 用键合硅胶吸附提取柱 (键合二醇相提高取柱) 进行样品净化, 不需用溶剂分配。用高压液相色谱荧光检测器测定涕必灵浓度, 整个过程都简

## 2 样品提取

洗净的马铃薯 500 g, 用机械绞碎, 均质。

称上述样品分取 30g 于组织捣碎机中, 加 150ml 二氯乙烷 (分析纯), 80g 无水硫酸钠 (分析纯), 以最大速度捣碎 60 秒。

将上述混合液转移使一氧化铝瓶子中, 用 50ml 一氯乙烷定容, 再于往复振荡器 (Multi-Shaker MK11 型, 每分钟振荡 100 次, 定位移动 35mm) 上振荡 1 小时, 以保证马铃薯组织细胞中涕必灵的充分提取。混合液经真空抽滤, 用  $3 \times 50\text{ml}$  的二氯乙烷分步洗涤, 滤液移至 500 ml 圆底烧瓶中, 在  $55^\circ\text{C}$  减压蒸发至干。残余物用二氯乙烷溶解, 定容至 5 ml。

## 3 样品净化

涕必灵提取液的净化采用改进的 Analytichem International (Anon.) 中所报道的涕必灵从柠檬果实中萃取并用高压液相

色谱紫外检测器定量测定的方法。

键合二醇相柱(柱体积容量 $3\text{cm}^3$ )先用 $10\text{ml}$ 二氯乙烷予淋洗,不使柱子流干。

将 $1\text{ml}$ 涕必灵提取液定量转移至二醇相柱中,用 $10\text{ml}$ 二氯乙烷洗脱,柱子在减压的条件下放置5分钟,保证二氯乙烷的完全流出。

吸附的涕必灵用 $5\text{ml}$ 的甲醇(色谱纯)/ $112\text{mM}$ 磷酸(分析纯)( $50:50, \text{V/V}$ )洗脱,洗脱液浓缩后用甲醇/磷酸定容至 $5\text{ml}$ 。

## 4 高压液相色谱分析涕必灵

### 4.1 仪器

Perin Elmer 400 泵系统

Perkin Elmer ISS-100 进样系统

Perkin Elmer LCI-100 积分仪

Shimadzu RF-530 高压液相色谱荧光检测仪

### 4.2 色谱条件

色谱柱:—CN柱( $150 \times 46\text{mm}$ , 粒度 $5\mu\text{m}$ )

激发波长:  $305\text{nm}$

发射波长:  $370\text{nm}$

流动相:乙腈(色谱纯)/ $0.3\text{mM}$ 氯化钠中含 $3.5\text{mM}$ 的磷酸溶液(分析纯)( $30:70, \text{V/V}$ )

进样量:  $10\mu\text{l}$

载液流速:  $1.5\text{ml/min}$

涕必灵的保留时间:  $8.05\text{分}$

定量方法: 外标法

## 5 结果与讨论

### 5.1 回收率

取10个分别都施 $10\mu\text{g}$ 涕必灵的马铃薯样

品做回收率试验。回收率范围为 $91.6\% \sim 97.1\%$ , 平均回收率为 $93.8\% \pm 2.1\%$ ( $\text{SED} = 0.66$ ), Maeda和Tsuji(1976)和Caley等(1979)所给出的方法,回收率普遍较低且不稳定,可能是在溶剂分配步骤上产生了低回收率的结果。

图1显示了涕必灵残留提取液净化后的典型色谱图。用键合二醇相柱净化,可以净化完全去除杂质,而且分析时间从30分缩短使10分钟。

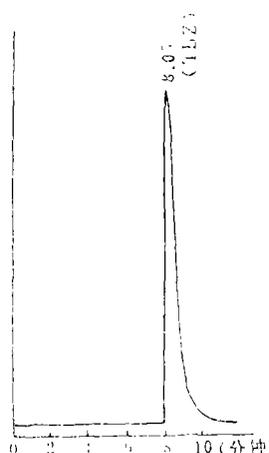


图1 涕必灵残留提取液净化后色谱

### 5.2 高压液相色谱分析涕必灵

以往的工作证明:非极性相(例如:ODS  $\text{C}_8$ 和1982 Watts等所描述的条件)与中等极性的一CN相比较,前者对涕必灵的保留行为不佳。

尽管涕必灵在非极性相上回收率低是个问题,而且涕必灵峰不能和干扰峰完全分开,Watts等(1982)还证明了流动条件抑制涕必灵的紫外或荧光响应,因此降低了灵敏度。

### 5.3 灵敏度

用荧光检测器测定马铃薯中的涕必灵,其检测限达到 $0.004\mu\text{g}$ ,相当于每公斤马铃薯

薯中 0.033 mg 涕必灵。理论上, 增加进样体积, 涕必灵可在更低的水平检出。以往的工作表明: 由于提取液中其它组分对紫外光的吸收, 紫外检测器的灵敏度比荧光检测器的灵敏度低大约 10 倍, 并且基线噪声较大。

## 6 结 论

与其它方法比较, 本方法有如下优点:

i) 改变了溶剂分配净化提取液的方法, 大大缩短了样品分析时间。处理, 分析一个样品大约需 2~3 小时, 使用其它方法需 1 天时间。

ii) 降低了劳动强度, 由于分析方法的

特点, 一系列样品能连续处理。

iii) 检测限低, 杂质及干扰物质能滞留于键合二醇相净化柱上。

随着食品和环境保护法中有关食品化学残留量的不断变更, 常规的残留分析变得更为频繁。

本方法的分析速度, 精密度, 灵敏度都是最佳的, 能够保证涕必灵的常规残留分析。对于其它样品中的涕必灵的分析, 只须在样品提取步骤稍加改动, 便也可在较宽范围内检测出来。

王静译 孙长青校

译自《Potato Research》, 1989, 32:

123~126

(上接148页)

# GROWTH MODEL OF INDIVIDUAL TUBERS AND THE RELATIONSHIP BETWEEN TUBER GROWTH RATE AND CELL DIVISION IN POTATO

Xie Conghua

(Southern Potato Research Center of China)

## ABSTRACT

Individual tubers grew with different growth rates and their growth followed a sigmoidal time course. The logistic function was found to be a suitable model for simulating potato tuber growth. The differences in size of tubers were most closely related to the rate of growth attained and the length of growing period of individual tubers but the growth rate was the main factor which influenced the tuber size. A linear relationship between the weighted mean absolute growth rate of individual tubers and their cell numbers suggested that tuber growth was largely controlled by the cell division of the tuber. No correlation was found between tuber growth rate and its cell expansion.