

## 桑叶中多菌灵的紫外光谱分析

季凤英 李晓东 陈瑞耘 黄起鹏

(中山大学化学系/测试中心, 广州 510275)

**摘 要** 用甲醇作溶剂, 在室温下对试样进行提取, 在盐酸溶液—氯仿中净化, 用 0.3 mol/L HCl 作参比和吸光度差值法建立了桑叶中多菌灵的紫外光谱测定方法. 方法回收率在 90%~96% 之间. 浓度在 0~20 mg/L 范围内呈线性关系.

**关键词** 桑叶, 多菌灵, 紫外光谱分析

**分类号** O657.32, TQ453.23

多菌灵(苯并咪唑-2-氨基甲酸甲酯)是一种高效低毒的广谱内吸性杀菌剂. 将多菌灵直接喷洒在桑叶上喂蚕, 可有效地防治家蚕微粒子病<sup>[1]</sup>. 曾报导用高效液相色谱分析法、荧光分析法、紫外光谱法<sup>[2~5]</sup>分析小麦、水稻、水果中多菌灵. 由于多菌灵的酸性溶液在  $\lambda=281\text{ nm}$  处有较强的特征吸收且灵敏度高, 用紫外光谱法分析多菌灵更显得简便. 本文选用提取率较高的甲醇作溶剂<sup>[6,7]</sup>, 经盐酸溶液—氯仿净化, 用 0.3 mol/L HCl 作参比建立了桑叶中多菌灵的紫外分析法, 为防治家蚕微粒子病选择合适的喷药时间, 喷药浓度及舍取辅助剂等提供了可靠的理论依据.

### 1 实验部分

1.1 仪器和试剂 美国 Backman DU-8B 型紫外—可见分光光度计; 上海手术器械厂 800 型 (4000 r/min) 离心机; 磁力搅拌器. 甲醇、氯仿均为分析纯. 多菌灵由工业原粉经甲醇 3 次重结晶, m. p. 308~312°C, 用 TLC 分析, 经 3 种展开条件检查, 均无杂质斑点.

1.2 多菌灵标准液配制 准确称 50±0.05 mg 多菌灵纯样, 用 0.3 mol/L HCl 溶解后转移至 500 ml 容量瓶并定容至刻度, 摇匀得 100 mg/L 多菌灵标准贮备液. 用 0.3 mol/L HCl 溶液, 配制 10 mg/L 的第二标准贮备液. 分别取上述两标准贮备液, 用 0.3 mol/L HCl, 配成 0.04~2.00 mg/L 不同浓度, 多菌灵标准使用液.

1.3 试样的提取与净化 称取磨碎通过 20 目的干桑叶 10 g 于锥形瓶中, 加入 120 ml 甲醇, 浸渍过夜. 砂芯漏斗抽滤, 滤渣加入 50 ml 甲醇, 室温搅拌 0.5 h, 抽滤, 用 50 ml 甲醇分多次洗涤滤渣及漏斗、锥形瓶, 合并滤液定容至 250 ml. 然后准确吸取 10.0 ml 提取液, 浓缩至约 0.5 ml, 加入 5 ml 氯仿洗瓶壁及内插毛细管. 0.3 mol/L HCl 萃取 (3×

收稿日期: 1993-02-09

10 ml), 离心, 合并酸液, 先用 1.0 mol/L NaOH 调 pH=6, 然后用 0.1 mol/L NaOH 调 pH=7.8~8.2<sup>[8]</sup>. 用氯仿萃取 (3×10 ml), 合并氯仿层溶液, 再用 0.3 mol/L HCl 萃取 (3×10 ml) 离心, 用 0.3 mol/L HCl 定容至 50 ml 作紫外光谱分析.

1.4 紫外光谱定量分析 以 0.3 mol/L HCl 作参比, 测出每种标准液在 281 nm 和 278 nm 处的吸光度值 ( $A$ ) 并计算其吸光度差值  $\Delta A$ . 分别以在 281 nm 处的吸光度 ( $A_{281}$ ) 和吸光度差值作纵坐标, 多菌灵浓度作横坐标, 制作峰高定量法测量曲线及双波长定量法测定曲线. 然后将净化试样在相同的条件下测定在 250~300 nm 范围的吸收光谱图.

## 2 结果与讨论

2.1 多菌灵的紫外吸收光谱及工作曲线 多菌灵酸性溶液在  $\lambda=281$  nm 处有较强的特征吸收峰 (图 1), 浓度在 0~20.0 mg/L 范围内呈线性关系, 可用于定量分析.

### 2.2 试样分析及回收率试验

(1) 回收率试验 取 10 g 空白桑叶, 加入定量的多菌灵纯样, 按前述实验方法提取、净化和光谱测定, 其回收率结果如表 1.

若用加热回流搅拌进行试验, 其他操作不变, 其回收率只有 87.2%~90.7%, 因此本工作采用室温搅拌提取.

比较了 3 种不同的净化方法即①NaOH 溶液——氯仿和 HCl 溶液——氯仿; ②NaOH 溶液——氯仿; ③HCl 溶液——氯仿, 结果表明方法③步骤简单、净化效果理想, 多菌灵在酸中亦稳定.

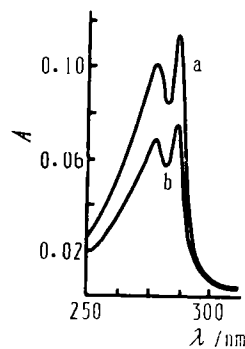


图 1 多菌灵溶液的紫外吸收图

Fig. 1 The UV spectrogram of carbendazim solution

a. 以 HCl 作参比

b. 以净化空白作参比

表 1 多菌灵回收率结果

Tab. 1 The rate of recovery of carbendazim

$\Delta A$	加入量/mg	回收量/mg	回收率/%
0.1851	1.0	0.9255	92.55
0.1804	1.0	0.9020	90.20
0.0960	0.5	0.4800	96.00

(2) 定量计算方法及参比液的选择 用净化空白作参比, 测定 4.0~20.0 mg/L 标准溶液的紫外光谱及绘制相应的工作曲线 (图略), 结果与 0.3 mol/L HCl 作参比的类同. 当试液在高浓度时, 桑叶中杂质对吸收峰影响甚微. 但当较低浓度时 (0~2 mg/L), 则有一定干扰. 对 0~20 mg/L 浓度范围内试样分别作杂质干扰的误差分析, 结果表明双波长定量计算其准确度高于峰高定量法, 试液浓度在 1.2~20.0 mg/L 范围内其误差在允许范围以内.

2.3 喷药方式与多菌灵浓度的关系 对喷药(1:160)桑叶,用上述实验方法分析,结果表明加与不加辅助剂对桑叶中多菌灵浓度影响不大,仅第8 h浓度在14.2 mg/L处波动 $\pm 0.5$  mg/L.从水洗加辅助剂与不加辅助剂的喷药桑叶分析结果看,在桑叶中加辅助剂能影响多菌灵的内吸速度和内吸附量,但这种影响仅表现在喷药后起始2 h,喷药4 h后这种影响很小并且内吸附量均在第8 h达到最大值.

喷洒主、辅剂的桑叶,3 d内桑叶中多菌灵浓度最高,5 d开始明显降低,到7 d后趋于平稳递减.多菌灵在桑叶表面的接触浓度与多菌灵对桑叶的内吸、渗透、分布以及代谢、降解等都随时间的变化而变化且具有一定规律性.同时桑叶中多菌灵浓度亦会随植物本身的“向顶性”蒸腾流影响而略有变化.

致谢 本文得到王金英老师的帮助,桑叶及多菌灵工业原粉均由广东省农科院蚕研所提供.

### 参 考 文 献

- 1 黄起鹏,刘仕贤等.家蚕微粒子病的治疗药物筛选试验.蚕业科学,1981,7(1):63~64
- 2 Norman S M, Fouse D C, Craft C C, et al. Thin-Layer Chromatographic Separation and Spectrophotofluorometric Determination of Thiabendazole Residues on and in Citrus. J AOAC, 1972, 55 (b): 1239~1244
- 3 White E R, Kilgorl W W. Determination of Systemic MBC Residue in Food Crops Treated with Benomyl Fungicide. J Agr Food Chem, 1972, 20 (6): 1230~1232
- 4 Kirkland J J. Method for High Speed Liquid Chromatographic Analysis of Benomyl and/or metabolite Residue in COW Milk, Urine, Feces and Tissues. Jgr Food Chem. 1972, 21 (2): 171~177
- 5 Pease H L, Gardiner J A. Fluorometric and colorimetric Procedure for Determining Residues of Benomyl. J Agr Food Chem, 1969, 17 (2): 267~270
- 6 Gorbach S. A Review of Methods for the Residue Analysis of the Systemic Fungicides Benomyl. Carbendazim. Thiphanate Methyl and Thiabendazol. Pure Appl Chem, 1980, 52 (11): 2569~2590
- 7 沈阳化工研究院农药残留量分析组.水稻及小麦中多菌灵残留量紫外光谱分析法.分析化学,1977,5(5):335~339
- 8 Rouchand J P, Decallonne J R. A Gas Chromatographic Method for the Analysis of MBC in Plants and Soil. J Agr Food Chem, 1974, 22 (2): 259~260

## Determination of Carbendazim Content in Mulberry Leaves by UV Spectrophotometry

*Ji Fengying\* Li Xiaodong Chen Ruiyun Huang Qipeng*

**Abstract** With methanol as solvent, the samples were soaked, stirred and extracted at room temperature, and then purified by liquid-liquid distribution of aqueous HCl solution-CHCl<sub>3</sub>. The contents of carbendazim in mulberry Leaves were determined by UV differential absorbance method using aqueous HCl (0.3 mol/L) as reference. The recovery was 90%~96%, and the linear range is 0~20 mg/L.

**Keywords** mulberry leaves, carbendazim, UV spectrophotometry

---

\* Department of Chemistry, Zhongshan University, Guangzhou 510275