

颜 升,王晓云,董艳凯,等. 梔子种子检验规程研究[J]. 江苏农业科学,2014,42(3):248-252.

梔子种子检验规程研究

颜 升,王晓云,董艳凯,朱玉野,罗光明

(江西中医药大学,江西南昌 330004)

摘要:为了规范中药药材种子市场,保证梔子种子的质量,研究建立梔子种子的检验方法。参考国际种子检验规程和中国农作物种子检验规程的方法,对梔子种子扦样、真实性、净度、发芽率、含水量、生活力及千粒质量 7 项指标进行研究,确定可控指标的标准检验方法。结果表明:扦样时种子批的最大总质量可选为 5 000 g,送检样品的质量为 800 g;在进行净度、水分和真实性分析时扦样样品的质量不应超过 100 g。其中的真实性鉴定可利用梔子种子外观结构、大小和颜色等形态特征进行;净度分析可按照 GB/T 3543.1—1995《农作物种子检验规程 总则》中的相关方法进行;发芽率的测定用滤纸,在 30 ℃ 下进行恒温处理;种子含水量的测定在将未粉碎的种子高温烘干 1.5 h 后进行;生活力的测定用 BTB 法,浸种时间为 2 h,浓度为 0.1%,显色时间为 40 min;千粒质量的测定用五百粒法。综合研究结果,本规程可用作梔子种子质量检验的依据。

关键词:梔子;种子;检验规程

中图分类号: S339.3 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)03-0248-04

梔子又名黄梔子、山梔,为茜草科植物梔子(*Gardenia jasminoides* Ellis)的成熟干燥果实,具有泻火除烦、清热利尿、凉血解毒等功效,有着非常广阔的市场前景^[1-2]。梔子果实为倒卵形或椭圆形蒴果,熟时为金黄色或橘红色,有 5~8 条翅状纵棱,顶端有 5~8 条长度与果体几乎相等的窄披针形宿存花萼。梔子蒴果中含有种子多数,并与果肉紧密相连。梔子的繁殖方法主要为压条或扦插,也可用种子繁殖。

中药材种子大多是药材生产中的副产品。由于我国无种子的质量监督、检验和管理机构^[3],绝大多数中药材种子缺乏质量检验规程和质量分级标准,而种子的检验和质量分级又是保证种子质量的主要手段。本研究在综合分析当前种子检验研究成果的基础上,参照《1996 国际种子检验规程》^[4]和

GB/T 3543.1—1995《农作物种子检验规程 总则》对梔子种子的扦样方法以及代表种子质量的一系列指标(包括种子真实性、净度、发芽率、含水量、生活力、千粒质量等)进行了检验和鉴定方法的研究,并在此基础上制定了梔子种子的检验规程。根据本检验规程的试验结果,能够达到对梔子种子质量进行客观、科学评价的目的,从而可以为农业生产过程中梔子的栽培与种植提供指导。

1 材料与方 法

1.1 仪器与材料

本试验各个部分中所用的仪器及试剂材料见表 1。

表 1 本试验各个部分所需的仪器及试剂

试验内容	所需仪器及试剂
扦 样	长柄短筒圆锥形扦样器,浙江托普仪器有限公司;BS224S 型电子天平,赛多利斯科学仪器(北京)有限公司
真实性鉴定	放大镜、游标卡尺
净度分析	解剖刀;CFY-Ⅱ净度风选仪,浙江托普仪器有限公司;镊子;净度风选台
发芽试验	FYX-800-Ⅱ型种子发芽箱,韶关市广智科技设备发展有限公司;9 cm×3cm 培养皿;纱布;滤纸;直径为 0.05~0.8 mm 的湿沙;直径为 0.05~0.8 mm 的蛭石
水分测定	HPX-9082MBE 数显电热恒温培养箱(误差±1 ℃),上海博迅实业有限公司;111 型高速中药粉碎机(备有 0.5、1.0、4.0 mm 的金属丝筛子),瑞安市环球药械厂;干燥器;铝盒(直径 5.5 cm);电子天平
生活力测定	TTC,上海捷瑞生物工程有限公司;BTB,北京索莱宝科技有限公司;红墨水;光照培养箱,广东医疗器械公司;琼脂粉,北京索莱宝科技有限公司;分析纯磷酸二氢钾,国药集团化学试剂有限公司;分析纯十二水磷酸氢二钠,国药集团化学试剂有限公司;双蒸水(自制)
重量测定	BS223S 型万分之一电子天平,赛多利斯科学仪器(北京)有限公司;药匙;称量纸;小烧杯

收稿日期:2013-08-15

基金项目:国家科技支撑计划(编号:2011BAI04B01)。

作者简介:颜 升(1989—),男,湖北孝感人,硕士研究生,主要从事中药资源的开发与利用研究。E-mail:397545028@qq.com。

通信作者:罗光明,男,江西彭泽人,博士,教授,主要从事药物植物分类、资源保护及药用植物引种栽培研究工作。E-mail:jlgn88@163.com。

试验用药材样品为作者于 2012 年 10—11 月从江西省樟树市、安徽省亳州市采集或直接从药农处购买所得,经过江西中医药大学中药资源学科组葛非教授鉴定为茜草科植物梔子的干燥成熟果实。

1.2 试验方法

1.2.1 扦 样 根据梔子种子的市场流通情况、生产水平和单次可能交易量,以及种子的形状、大小、表面光滑度、散落性等因素^[5],查找并参照 GB/T 3543.1—1995《农作物检验规程

总则》中所列的 124 种作物品种,确定梔子种子批的最大质量和送验样品的最小质量,其中送验样品的质量因检测项目的不同而不同。

1.2.2 真实性鉴定 手工随机选取 400 粒种子,设 4 个重复,每个重复 100 粒。采用种子外观形态法^[6],通过对种子形态、大小、颜色等特征的观察来鉴定检验种子的真实性,结果用平均值表示,并保留 1 位小数。

1.2.3 净度分析 净度分析参照 GB/T 3543.1—1995《农作物种子检验规程 总则》的方法执行。所遵循的基本原则为:大于原大小的一半,并附着种皮的种子定义为净种子;质量大于种子质量 10 倍以上的杂质,定义为重型杂质,其他破损或受损碎片列为杂质。试样称重和百分率的计算精确度参照《1996 国际种子检验规程》^[4]。

1.2.4 发芽试验 以 2 批不同产地的种子为试验材料,设计不同温度、不同发芽床的发芽试验,观察种子的发芽规律,总结得出最适的发芽温度和发芽床种类^[7]。处理过程为:将 2 个产地的梔子种子于 25 ℃ 恒温浸种 1 d 后置于光照培养箱中,分别设置 30、25、20、15 ℃ 恒温处理和 30 ℃/20 ℃、25 ℃/15 ℃ 变温处理共 6 个发芽温度处理。分别采用蛭石、纱布、滤纸、沙子等 4 种材料作为发芽床。每个处理重复 3 次,每次 25 粒种子。相关计算公式为:

发芽率 = 发芽种子数 / 供测种子数 × 100%

发芽势 = 发芽过程中日发芽种子数的最高峰数 / 供测种子数 × 100%

1.2.5 水分的测定 种子含水量是按规定程序把种子样品烘干后所失去的质量占供检样品原始质量的比例。本试验对比了低温整粒法与高温整粒法、整粒法与初磨法对梔子种子含水量测定的影响。

低温整粒法:用小匙充分搅拌样品,并从中取出 2 份种子样品,对 2 份种子样本均设 9 个时间处理:15、30、45、60、90、120、180、240、300 min,各 3 次重复,每个重复 5 g。预先将样品盒烘干、冷却、称重,并记下盒号,然后放入试样,再称重(精确至 0.001 g);使烘箱通电并预热至 110 ~ 115 ℃,将样品摊平放入烘箱内的上层,迅速关闭烘箱门,使箱温在 5 ~ 10 min 内回至 (103 ± 2) ℃ 时开始计时;到预定时间后,戴上手套在箱内盖好盒盖,取出后放入干燥器内冷却至室温并称重;根据烘干后失去的质量计算种子水分,并通过所得数据选择烘干时间。

高温整粒法:方法步骤与低温整粒法基本相同,区别是高温整粒法要将烘箱预热至 140 ~ 145 ℃,打开并关闭箱门 5 ~ 10 min 后,烘箱内的温度须保持在 130 ~ 133 ℃。对 2 份种子样品共设置了 8 个时间处理:15、30、45、60、90、120、180、400 min,根据烘干后失去的质量计算种子的水分百分率。

整粒法和初磨法的步骤分别为:随机称取 5 g 梔子种子,1 份进行研磨处理,记为粗磨法;另 1 份不作处理,记为整粒法。采用低温整粒法测定水分,设置 3 个重复。

1.2.6 生活力的测定 分别取 2 批不同产地的梔子种子 2 g,用浓硫酸酸蚀 5 min 后去除外种皮,以避免种皮表面色素对染色观察的干扰。处理后的种子分别用四氮唑染色法(TTC 法)、溴麝香草酚蓝法(BTB 法)、红墨水染色法进行生活力的测定。

TTC 法:用单面刀片沿种胚中心线将种子纵切为两半,取带种胚的一半放入盛有四氮唑溶液的小烧杯中,四氮唑的浓度分别为 0.1%、1.0%;放入 30 ℃ 恒温箱中,在黑暗下染色,染色时间分别为 4、11、16、25 h。另外分别取 2 组种子,每组 25 粒,沸水蒸煮 10 min 后分别在四氮唑浓度 0.1%、1.0% 条件下染色,作为空白对照。染色结束后,倒去四氮唑溶液,用双蒸水清洗。由于 TTC 能够将活种子的胚染成红色,对照死种子则不能着色,因此根据种子胚的着色程度、部位与空白对照的比较来鉴定种子的生活力,并计算有生活力种子的百分率。每个处理设 4 个重复。

BTB 法:将经浓硫酸处理的 2 批种子均随机分为 2 组,每组 25 粒,一组用沸水蒸煮 10 min,作为空白对照(死种子),另一组则不作处理。在培养皿中备好 0.1% BTB 凝胶,分别把 2 组种子整齐地包埋于凝胶中后放入 30 ℃ 恒温箱中染色,染色时间分别为 10、20、40、60 min。观察种子周围出现黄色晕圈的情况,出现晕圈表示有活力^[8]。每个处理设 4 个重复。

红墨水法:将经浓硫酸处理的 2 批种子均随机分为 2 组,每组 25 粒,取一组用沸水蒸煮 10 min,作为空白对照(死种子),将 2 组种子用单面刀片沿种胚中心线纵切为二半,取带种胚的一半放入盛有 5% 红墨水溶液的小烧杯中。将烧杯放入 30 ℃ 恒温箱中染色,染色时间分别为 10 min、30 min、1 h、2 h。由于活种子胚不着色或着色很浅,而死种子种胚的着色度和胚乳相同,根据这个原理鉴定种子的生活力,并计算百分率。每个处理设 4 个重复。

1.2.7 质量测定 对梔子种子试样采用百粒法、五百粒法和千粒法进行质量测定^[9]。将净度分析后所得的全部净种子混匀后进行如下分组:100 粒种子,8 个重复;500 粒种子,3 个重复;1000 粒种子,2 个重复。分组后称重,小数位数的规定按照 ISTA 的相关标准^[10]。分别计算百粒法、五百粒法、千粒法的平均质量、标准差及变异系数,并计算出各方法换算成 1 000 粒种子的质量,重复 10 次。

2 结果与分析

2.1 扦样

本研究采用的各批次种子批的最大总质量为 5 000 g,送检样品的质量为 800 g,进行净度分析、水分测定和真实性分析时扦样质量分别为 80、50、80 g。

2.2 真实性鉴定

通过种子外观形态法,笔者总结出梔子种子的形态特征,详见表 2。这些特征可以用作梔子种子真实性鉴定的形态指标。

表 2 梔子种子真实性鉴定的形态指标

种类	特征
外观结构	扁椭圆形或扁矩圆形棕红色,表面有细而密的凹入小点;胚乳角质;胚长形,具 2 片心形子叶。种子横切面为扁圆形,一侧略凸;外种皮为 1 列石细胞,近方形,内壁及侧壁显著增厚;内种皮为颓废的薄壁细胞
大小	千粒质量 2.9 ~ 4.3 g,长 2.1 ~ 3.7 mm,宽 1.2 ~ 2.4 mm,厚 0.4 ~ 0.9 mm
颜色	棕红色,表面略有光泽

2.3 净度分析

栀子种子净度分析的主要难点在于划分净种子、重型杂质、杂质、其他植物种子。通过检测发现,本研究所检验的样品中均无其他植物种子,因此不用记录此项检测。检测结果表明,各批次净种子比率 97.82%,杂质比率 2.18%,增生差 0.05% < 5%,因此认为净度分析结果有效,本分析方法和程序切实可行。

2.4 发芽试验

不同温度和发芽床对栀子种子的萌发有影响,统计结果见表 3。由表 3 可见:栀子种子在较高温度时的萌发效果较好,在 25℃ 以上的温度时有较高的发芽率;在 25℃ 以下时,发芽势很低,且温度越低,发芽率也越低。对比 30℃/20℃ 变温处理和 30℃ 恒温处理,两者的发芽率都比较大接近,但发芽势相差较大。此外,研究发现恒温处理的出芽比较早,能大致反映出栀子种子的整体发芽状况。因此综合研究结果,栀子种子发芽的适宜温度条件为 30℃ 恒温。

表 3 不同温度和培养床对种子发芽率的影响

发芽床	温度 (℃)	江西樟树栀子种子		安徽亳州栀子种子	
		发芽势 (%)	发芽率 (%)	发芽势 (%)	发芽率 (%)
滤纸	15	0.0	8.0	8.0	54.7
	20	21.3	76.0	16.0	73.3
	25	42.7	68.0	57.3	74.7
	30	53.3	78.7	62.7	81.3
	25/15	29.3	46.7	22.7	46.7
	30/20	52.0	77.3	58.7	73.3
蛭石	15	0.0	2.7	0.0	36.0
	20	17.3	68.0	28.0	64.0
	25	21.3	58.7	50.7	65.3
	30	26.7	62.7	53.3	70.7
	25/15	18.7	41.3	29.3	64.0
	30/20	25.3	46.7	30.7	44.0
纱布	15	1.3	8.0	12.0	56.0
	20	26.7	70.7	30.7	44.0
	25	40.0	61.3	50.7	69.3
	30	49.3	64.0	44.0	73.3
	25/15	22.7	58.7	29.3	70.7
	30/20	45.3	68.0	64.0	72.0
湿沙	15	0.0	4.0	21.3	64.0
	20	25.3	70.7	32.0	74.7
	25	49.3	66.7	50.7	72.0
	30	61.3	77.3	73.3	80.0
	25/15	18.7	54.7	21.3	80.0
	30/20	58.7	77.3	58.7	77.3

由表 3 还可以看出,在相同温度下,栀子种子在 4 种发芽床上的发芽率间无明显差异。在 30℃ 恒温的最适温度条件下,发芽率的大小为滤纸 > 湿沙 > 纱布 > 蛭石,但差异不明显。其中在滤纸发芽床上种子的发芽率最高,发芽势较高,因此栀子种子发芽适宜的发芽床应为滤纸。

2.5 水分测定

用低温整粒法和高温整粒法对种子水分进行测定的结果见图 1。由图 1 可知,整粒栀子种子在低温下烘干 4~5 h 后,失水量保持稳定,综合 2 个产地各批次种子的情况,低温烘干

法的时间以 4 h 为宜。整粒栀子种子在高温烘干 1.5 h 后,失水量保持稳定,且在 1.5~4 h 的烘干条件下失水量变化不明显。综合 2 个产地的种子情况,高温烘干法的时间以 1.5 h 为宜。

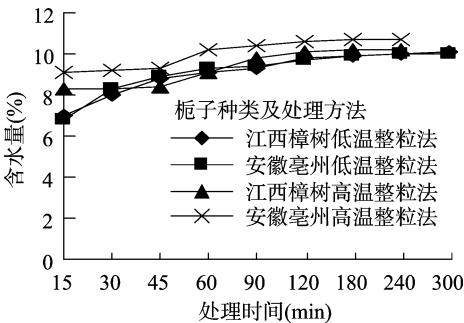


图 1 低温整粒法和高温整粒法测定种子水分结果

整粒法和初磨法对栀子种子水分进行测定的结果见图 2。由图 2 可知,虽然粗磨之后的种子失水量略高于不处理的种子,但差异不显著。

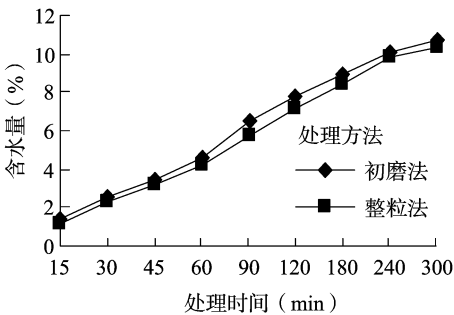


图 2 整粒法和初磨法种子水分测定结果

此外,整粒法和初磨法检测到的栀子种子失水量约为 10%,与整粒种子经高温烘干 1.5 h 和低温烘干 4 h 的种子失水量相近,且几种方法的测定值之间差异不显著。考虑到低温烘干法所需时间较长,且粉碎种子工作量较大,因此选择整粒种子高温烘干 1.5 h 作为栀子种子含水量测定方法。

2.6 生活力测定

分别用 1% TTC 法、0.1% TTC 法、0.1% BTB 法、5% 红墨水法对栀子种子生活力进行检测,染色效果见表 4,结果表明这几种方法均能成功地将活的栀子种子染色。

2.6.1 有生活力种子的比率 用不同方法测定栀子种子生活力的比率见表 4。检测结果表明,1% TTC 染色法最灵敏,但需要较长时间才能将栀子的活种子着色;其次为 0.1% TTC;5% 红墨水染色法和 0.1% BTB 染色法所需时间较短。

2.6.2 最佳生活力测定方法的确定 以种子生活力测定数值高低作为衡量染色法效果的标准。表 4 结果表明:用 TTC 染色法测定生活力时,最佳 TTC 浓度为 0.1%,染色的最适温度为 30℃,时间 16 h;浓度为 0.1% BTB 法染色的最佳染色时间为 40 min;浓度为 5% 红墨水法染色的最适染色时间为 1 h。但是在利用红墨水法对种子生活力进行检测时,对活种子的判断受操作过程中种子切口的影响,因为切口处的种子细胞很容易被染成红色,并且由于栀子种子较小,因此容易造成判断失误而不宜采用。对比“2.4”节的相关数据,BTB 法

表 4 不同方法测定栀子种子生活力结果

染色方法	染色时间	有生活力种子的比率(%)	
		江西樟树栀子	安徽亳州栀子
1% TTC	4 h	12	16
	11 h	16	16
	16 h	20	28
	25 h	20	28
0.1% TTC	4 h	0	0
	11 h	16	28
	16 h	80	76
	25 h	80	76
0.1% BTB	10 min	0	0
	20 min	64	32
	40 min	88	88
	1 h	88	88
红墨水	10 min	0	0
	30 min	12	8
	1 h	32	24
	2 h	32	28

所测的生活力数据均高于发芽率,而 TTC 法所测的生活力数据则低于发芽率,因此本试验采用 BTB 法,取 0.1% BTB 染色 40 min 为最佳方案。

2.7 质量测定

对各栀子种子质量测定方法的比较分析见表 5。由于栀子种子体积比较小,在用百粒法测定栀子种子千粒质量时,10 组当中有 5 组变异系数大于 4.0,系统误差比较大。而利用五百粒法和千粒法进行测定时,系统误差影响较小,因此排除百粒法。进一步比较千粒法和五百粒法可知,变异系数均较小,且所得千粒质量很接近。用 SPSS 11.0 软件分析五百粒法和千粒法测定的种子千粒质量结果,没有显著性差异,但是由于五百粒法更易操作,因此考虑到工作量和栀子种子属于小种子的特点,选择采用 500 粒法测定栀子种子千粒质量。

表 5 栀子种子的千粒重

编号	变异系数(%)			千粒重(g)	
	百粒法	五百粒法	千粒法	五百粒法	千粒法
1	4.36	2.38	0.61	3.23	3.21
2	6.65	0.65	1.21	3.17	3.13
3	4.63	1.03	0.22	3.22	3.23
4	2.39	1.87	0.78	3.19	3.23
5	4.33	3.67	0.88	3.10	3.13
6	1.84	1.23	0.79	3.19	3.20
7	5.04	2.89	1.77	3.14	3.15
8	2.08	1.20	0.03	3.18	3.18
9	3.50	1.48	0.46	3.11	3.11
10	2.66	0.54	1.04	3.13	3.11

3 讨论与结论

栀子种皮呈棕红色,为果肉中所含的色素成分,用清水不易洗净,因此在进行生活力测定时,会影响 TTC 法和红墨水法染色结果的观察。笔者采用浓硫酸酸蚀 5 min 的方法去除栀子外种皮便可以消除其影响,但此方法较为繁琐,且浓硫酸处理有可能杀死种子而造成种子腐烂。BTB 法测定栀子种子生活力的原理是种子活细胞通过呼吸作用产生的 CO₂ 溶于

水,从而增加了胚周围环境的酸度,因此 BTB 试剂可以测定酸度的变化,使活种子周围的琼脂凝胶出现黄晕现象,从而可以检测出有生活力的种子;同时 BTB 法不需要浓硫酸酸蚀,简便了操作,测定结果与种子发芽试验结果基本一致,因此采用 BTB 染色法作为最佳生活力测定方法。

种子中的水分按特性可分为自由水、束缚水和化合水^[11]。自由水最易分离,它是种子贮藏时影响种子寿命的一个重要因素,因此在进行种子含水量测定时主要测定自由水。种子形成过程中的水分来自植株,但被采收后,如果种子所处环境中的空气相对湿度高,种子便从空气中吸收水分使含水量上升。因此在进行含水量测定时,应选择在空气相对湿度低的房间内进行。在放冷至室温的过程中应把样品放在干燥器中,且每次冷却至室温的时间应保持一致。

种子净度分析后的样品将被用于测定种子生活力、发芽率、纯度、重量^[12]。由于某些种子存在缺陷,明显小于正常种子,甚至小于正常种子的一半,在筛理的过程中与细小杂质同时被筛下来,因此认为此类种子为一般杂质。为了确保样品净度分析的准确性,在筛理之后,将筛内物质严格地逐粒区分,同时借助放大镜、毛刷等工具对区分后的不同部分进行严格检查,以减少误差,避免样品中各成分的缺失。不同大小、质量的种子,重型杂质的大小和质量标准也不一样,在本试验中,将质量大于种子 10 倍以上的杂质列为重型杂质^[13]。总的来说,操作人员必须熟悉种子知识,严格按照操作规程操作^[14]。

笔者利用本研究建立的栀子种子检验规程,先后测定了其他几份不同产地栀子种子的发芽率、净度和生活力,尽管结果表明不同产地和成熟度的种子,在发芽率、净度和生活力等指标上的测定结果有较大差异,但本检验规程中各项指标的检测方法广泛适用于栀子种子的质量控制,能够为中药材栀子的规范化生产提供依据。

本研究通过一系列试验确定了栀子种子检验规程的合理操作方法,包括扦样、真实性、净度、发芽率、含水量、生活力和千粒质量 7 项指标。其中扦样时种子批的最大总质量可选为 5 000 g,送检样品质量 800 g;净度、水分和真实性分析时扦样样品的质量应不超过 100 g。在试验中可利用栀子种子外观结构、大小和颜色等形态特征进行真实性鉴定,净度分析可按照按国家标准 GB/T 3543.1—1995《农作物种子检验规程 总则》的方法进行。发芽率测定最佳方法为用滤纸作为发芽床,30℃恒温处理。种子含水量测定用不粉碎的种子高温烘干 1.5 h。生活力测定用 BTB 法,浸种时间 2 h,浓度 0.1%,显色时间 40 min。千粒质量的测定用五百粒法。

参考文献:

[1] 中华人民共和国药典委员会. 中华人民共和国药典 2005 年版(一部)[M]. 北京:化工工业出版社,2005:231.
[2] Abdullah G R, Al - Khateeb A A, Serage M. Effect of different concentrations of growth regulators on *Gardenia jasminoides* cv. *veitchii* micropropagation by tissue culture technique[J]. Journal of Agriculture and Marine Sciences, 2003(8): 35 - 40.
[3] 张丽萍, 杨世林, 杨春清, 等. 我国药材种子种苗产业存在的问题及其对策[J]. 中国中药杂志, 1999, 24(10): 3 - 5.

李文华,王学东,陈莉,等.分散固相萃取-气相色谱质谱法快速测定二甲戊灵在马铃薯和土壤中的残留[J].江苏农业科学,2014,42(3):252-254.

分散固相萃取-气相色谱质谱法快速测定二甲戊灵在马铃薯和土壤中的残留

李文华^{1,2},王学东¹,陈莉²,贾春虹²

(1.首都师范大学资源环境与旅游学院,北京 100048;2.北京市农林科学院植物保护环境保护研究所,北京 100097)

摘要:采用气相色谱与质谱联用法测定马铃薯块茎、植株和土壤中二甲戊灵的残留量。结果显示,二甲戊灵的最低检测量为 5.0 pg,最低检出浓度为 0.05 mg/kg,二甲戊灵在马铃薯块茎、植株和土壤中的加标回收率分别为 85.8%~89.8%、86.2%~101.4% 和 78.7%~88.1%,相对标准偏差分别为 4.88%~8.08%、6.23%~8.77% 和 5.24%~7.39%。该方法快速、准确、灵敏度高,适合马铃薯块茎、植株和土壤样品中二甲戊灵的残留量测定。

关键词:二甲戊灵;残留;马铃薯;土壤;分散固相萃取;气相色谱质谱法

中图分类号: TQ450.2⁺63;O657.7⁺1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)03-0252-03

二甲戊灵(pendimethalin)是一种二硝基苯胺类除草剂,化学名称 *N*-(乙基丙基)-3,4-二甲基-2,6-二硝基苯胺。二甲戊灵的主要防除对象是一年生禾本科杂草、部分阔叶杂草和莎草,可以广泛应用于玉米、马铃薯、烟草、蔬菜等多种作物田除草^[1-2]。文献报道的二甲戊灵的分析方法有气相色谱法^[3]、液相色谱法^[4]、气相色谱-质谱法^[5-8]等,而马铃薯中二甲戊灵残留的分析方法报道很少^[3],主要采用传统的液液分配,样品处理效率较低,溶剂的使用量也较大。*N*-丙基-乙二胺(PSA)吸附剂具有弱的阴离子交换能力,有利于吸附基质中的有机酸、糖和色素,在蔬果农药残留检测中多有应用。本研究建立了马铃薯块茎、植株和土壤中二甲戊灵残留量的分散固相萃取-气相色谱质谱法,快速简便,样品前处理方法的效率较其他方法有较大提高,而且节省了溶剂,减少

了对环境的污染。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

仪器:Shimadzu GCMS-QP2010 气相色谱质谱仪, R-215 旋转蒸发器(瑞士步琪公司), IKA T25 高速匀浆机, TGZS-WS 型台式离心机(湖南湘仪实验室仪器开发有限公司), KQ-50B 超声清洗器(江苏省昆山市超声仪器有限公司), QL-901 漩涡振荡仪(江苏省海门市其林贝尔仪器制造有限公司), KL-512 型氮吹仪(北京康林科技有限责任公司)。

试剂:二甲戊灵标准品(99.2%),乙腈(HPLC级),正己烷(HPLC级),氯化钠(分析纯);分散固相萃取盒(Agel Technologies):P₁(150 mg 无水硫酸镁、50 mg PSA),P₂(150 mg 无水硫酸镁、50 mg C₁₈、50 mg PSA),P₃(150 mg 无水硫酸镁、50 mg PSA、50 mg C₁₈、50 mg PC)。

1.2 样品前处理

1.2.1 样品提取 土样:准确称取 10.0 g(精确到 0.01 g)样品置于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 乙腈,超声 10 min 后,加入 4 g 氯化钠,涡旋 1 min 后 4 000 r/min 离心 5 min,待净化。

马铃薯块茎与植株:准确称取 10.0 g(精确到 0.01 g)样品置于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 乙腈,匀浆 1 min,加入 4 g 氯化钠,涡旋 1 min 后 4 000 r/min 离心 5 min,待净化。

收稿日期:2013-07-15

基金项目:国家自然科学基金(编号:41101482);北京市自然科学基金(编号:8122021);北京市农林科学院基金(编号:QN201104)。

作者简介:李文华(1986—),女,山西大同人,硕士研究生,主要从事农药残留检测方法与环境降解方面的研究。Tel:(010)51503435;E-mail:wenhuashx@sina.com。

通信作者:陈莉,博士,副研究员,主要从事农药等有机污染物检测技术与环境行为方面的研究。Tel:(010)51503435;E-mail:chen-li517@126.com。

[4]国际种子检验协会(ISTA).1996 国际种子检验规程[M].北京:中国农业出版社,1999.

[5]张婕,魏建和,隋春,等.柴胡种子检验规程研究[J].种子,2011,30(6):112-118.

[6]刘长江.种子的形态鉴定:I形态鉴定方法[J].种子,1989(3):51-53,42.

[7]董青松,颜钟亚,白隆华,等.鸡骨草种子发芽试验条件的研究[J].种子,2006,25(2):81-84.

[8]孙荣进,杜婷,杨光义,等.蔓荆子种子生活力的测定及其与发芽率的相关性研究[J].中国实验方剂学杂志,2011,17(17):130-133.

[9]GB/T 3543.3—1995.农作物种子检验规程 净度分析[M].北

京:中国标准出版社,1995:12-13.

[10]浙江大学种子科学中心译.国际种子检验规程[M].北京:科学技术文献出版社,1976:9-11.

[11]闫志刚,马小军,董青松,等.青蒿种子检验规程研究[J].中国种业,2011(1):37-40.

[12]何建华.种子净度分析的三个关键环节[J].种子,2013,32(2):124-126.

[13]董青松,何俊兵,蒙爱东,等.广州相思子种子检验规程研究[J].种子,2012,31(5):123-125.

[14]马玉光,曹改萍.对部分农作物《种子质量标准》修订的商榷[J].中国种业,2013(2):37-38.