نگارش : ماندانا بهبودی (۱) (مؤسسه بررسی آفات و بیماریهای گیاهی)

بررسی باقیمانده سم مالاتیون روی میوه‌سیب بروش اسپکتروفتومتری وتعیین دوره کارنس

مقدمه

آزمایشگاه بررسی بیولژیکی سموم از سال ۱۳٤٥ جهت بررسی باقیمانده سموم روی محصولات کشاورزی تأسیس شد واولین کارهائی که در آن انجام شد مطالعه سموم وباقیمانده آنها بروش بیواسی بود که با استفاده از حساسیت مگس سرکه نسبت به سموم مختلف مطالعاتی دراین رشته صورت گرفت واز این ببعد با فراهم آمدن تدریجی مقدمات کار از سال ٤٨ اقدام به بررسی این مهم از راههای شیمیائی وفیزیکوشیمیائی گردید. که موضوع این مقاله نیز یکی ازکارهائی است که در سال ۵۰ اجراگردیده.

روش کار

اساس روش برپایه تجزیه مالاتیون بوسیله محلول قلیائی به سدیم دی‌متیل فسفر ودی تیوات و سدیم فومارات است (ZWEIG 1964) که جسم اول، با آب عصاره‌گیری شده ودرکربن تتراکلراید غیر محلولست وبا سولفات مس کمپلکسی میدهد که دارای رنگ زرد می‌باشد واساس تعیین مقدار باسنجش شدت جذب این رنگ زرد در ٤۱۸ میلی میکرن باروش اسپکتروفتومتری میباشد .

مقدمات اجراء

الف ـ تهیه منحنی استاندارد

ابتدا بامالاتیون ساخت کارخانه سیانامید استاندارد ۹۹/۵٪ با الکل اتیلیک محلول استانداردی ساخته شد که هرمیلی لیتر آن معادل ۱/. میلی‌گرم مالاتیون بود (1 ml≃0.1 mg). از این محلول مقادیر ۰٫۰۲/۵، ۰٫۰۵، ۰٫۰۷/۵، ۰٫۱۰، ۰٫۱۲/۵، ۰٫۱۵، ۰٫۱۷/۵، ۰٫۲۰، ۰٫۲۲/۵، ۰٫۲۵ میلی لیتر انتخاب وبا الکل به حجم ۲۵ میلی لیتر رسانده شد و با روش زیر روی آن عمل گردید .

(۱) دکتر ماندانا بهبودی ـ تهران ، صندوق پستی ۳۱۷۸

هرکدام از محلولهای استاندارد را در قیف دکانتاسیون ۲۵۰ میلی‌لیتری که قبلا در آن ۱۰۰ میلی لیتر کربن تتراکلراید ریخته شده بود ریخته وبا تکان دادن خوب مخلوط میشد .

سپس به قیف محلول سود ۶ نرمال اضافه و بمدت ۱ دقیقه بخوبی تکان داده میشد . چون محلولهای آبی قلیائی واسیدی دی‌متیل تیوفسفریک اسید بیشتر از یکساعت دوام ندارد از این مرحله‌ببعد فعل وانفعال بایستی بسرعت وبدون وقفه انجام یابد ودر تجزیه حشره‌کش با قلیائی وتبدیل آن به دی متیل دی تیوفسفریک اسید ، زمان باید بین ۳۰ ثانیه تا ۲ دقیقه محدود باشد . مقدار آبهم در محیط باید خیلی محدود باشد وبهمین دلیل است که قلیائی غلیظ بکار میرود (درصورتیکه الکل ۹۵٪ باشد ۱۰ تا ۲۰٪ نتیجه کمتری بدست میآید .) لذا پس از اضافه کردن سود و یکدقیقه تکاندادن قیف بفوریت ۷۵میلی لیتر محلول Nacl سرد شده در ۱۵ درجه سانتیگراد به قیف اضافه میگردید وبمدت یکدقیقه تکانداده میشد . پس ازجدا شدن فازها، فازکربن تتراکلراید جدا وحذف میشد وسپس به قیف ۲۵ میلی لیترکربن‌تتراکلراید افزوده میشد و ۳۰ ثانیه تکانداده میشد وپس از جدا شدن فازها فازکربن تتراکلراید حذف‌میگردید .

سپس به محتویات قیف ۲۵ میلی لیترکربن تتراکلراید ویک میلی لیتر Hcl ۷ نرمال اضافه میگردید و ۳۰ ثانیه تکانداده میشد ولایه‌کربن تتراکلراید تا آنجاکه ممکن بود بدقت جدا میگردید سپس توسط یک پیپت بدقت ۲۵ میلی لیترکربن تتراکلراید و۲ میلی لیتر محلول سولفات مس به قیف اضافه میگردید ویکدقیقه تکان داده میشد پس از جدا شدن فازها شدت جذب رنگ زرد موجود درفازکربن تتراکلراید با اسپکتروفتومتری درناحیه ۴۱۸ میلی میکرن سنجیده میشد .

مشخصات دستگاه اسپکتروفتومتر :

دستگاه اسپکتروفتومتر زایس مدل M4 Q III

طول موج ۴۱۸ میلی میکرون

بلانک CC14

پهنای شکاف ورود نور ۰/۱ .

شدت جذب (اکستنگسیون) ودرصدعبور نور (ترانسمیتانس)مربوط به هریک از نمونه‌های استاندارد در جدول ۱ نشان داده شده است .

(جدول ۱)

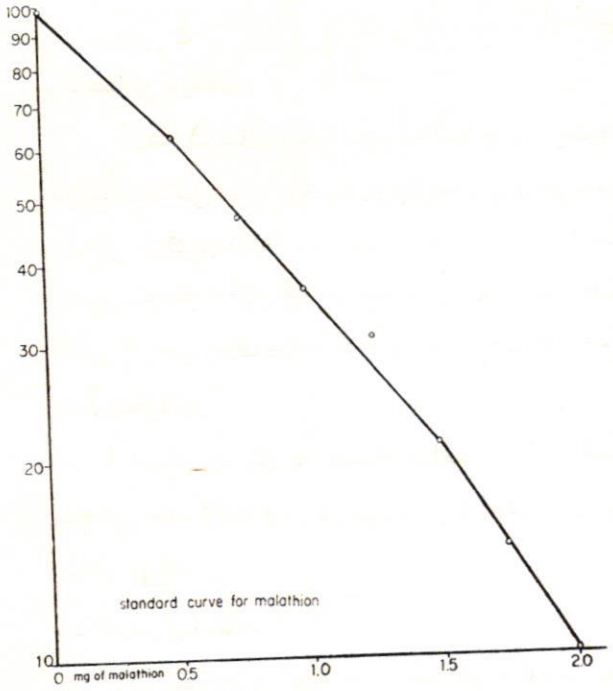
مقدار مالاتیون استاندارد میلی‌گرم در یک آزمایش	ترانسمیتانس	اکستنگسیون
۰	۹۸/۵	۰/۰۰۶۶
۰/۲۵	۸۵/-	۰/۰۷۰۶
۰/۵	۶۲/۲۵	۰/۲۰۵۹
۰/۷۵	۴۶/۲۵	۰/۳۳۵
۱/-	۳۶/۲۵	۰/۴۴۱
۱/۲۵	۳۰/۵	۰/۵۱۶
۱/۵	۲۱/-	۰/۶۷۸
۱/۷۵	۱۴/-	۰/۸۰۴
۲/-	۱۰/۲۵	۰/۹۸۹
۲/۲۵	۸/۲۵	۱/۴
۲/۵	۶/۹	۱/۸

حال اگر غلظتهای مختلف استاندارد سم را در محور طولها وترانسمیتانس را در محور عرضها (لگاریتمی) منظورکنیم منحنی استانداردمالاتیون درازای ترانسمیتانس (شکل ۱) وبا منظور داشتن‌مقادیر استاندارد در محور طولها واکستنگسیون آنها در محور عرضها منحنی استاندارد سم درازای اکستنگسیون بدست میآید (شکل ۲)

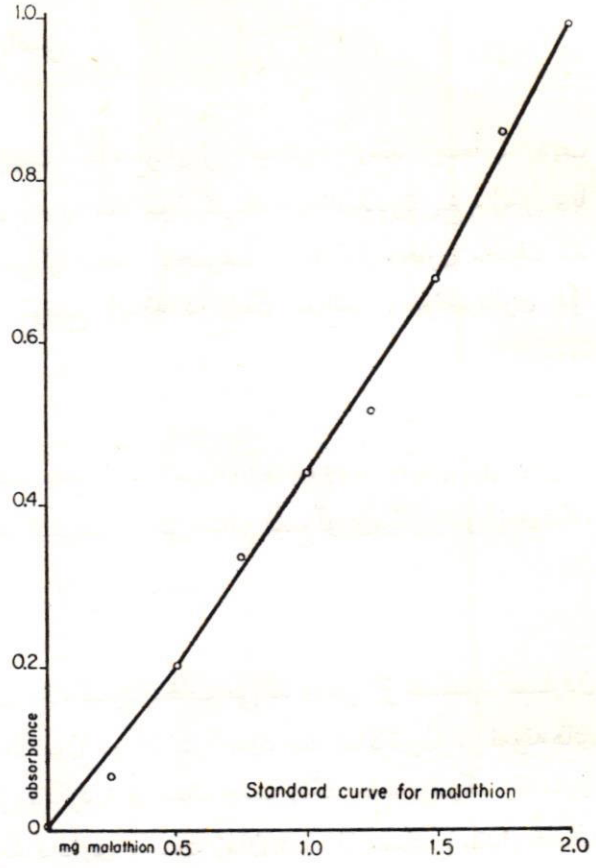
ب- آزمایش بازیافتی (۱)

۱ - ۵۰۰ گرم میوه سیب سمپاشی نشده انتخاب‌گردید وپس از خرد کردن بکمک ۱۰۰ میلی‌لیترآب مقطروبدست آمدن یک توده هموژن. ۵۰ میلی لیترکربن تتراکلراید بآن اضافه‌گردید ومخلوط مدت ۲ ساعت در دستگاه بهم زن تکـــان داده شد و ۲۴ ساعت در یخچـال نگهداری گردید. پس از آن بـــا سانتریفوژ ۲۰۰۰ دور در دقیقه فاز حلال وتفاله را جدا وسپس فاز حلال دکانته‌گردید. محلول بدست‌آمده پس از عبور از روی سولفات سدیم بدون آب صاف شد (هر میلی لیتر صاف شده معادل یک‌گرم نمونه)سپس محلول صاف شده در خلاء تاحدود ۵-۷ میلی لیتر تقطیر شد سپس عصاره غلیظ شده را به قیف دکانتاسیون ۲۵۰ میلی لیتری‌با ۱۰۰ سانتی متر مکعب کربن تتراکلرایـد منتقل‌نمودیم وبآن ۲۵ میلی لیتر الکل‌اتیلیک مطلق اضافه کردیم ، سپس مانند آزمایش‌استاندارد عملیات‌بعدی ادامه‌یافت. فقط در مرحله قبل‌از افزودن سولفات مس چون نمونه حاوی عصاره‌گیاهی دارای رنگ بود بدفعات با ۲۵ میلی لیترکربن‌تتراکلراید آنرا شستشو دادیم تا بیرنگ شود.(جذب‌اسپکتروفتومتری آن صفر باشد) وسپس جذب رنگ کمپلکس زرد حاصل از ترکیب سولفات مس و اسید دی متیل فسفر ودی‌تیوایک در دستگاه اسپکتروفتومتر خوانده شد .

(1) Recovery test



شکل ۲



شکل ۱

۲ - به ۵۰۰ گرم نمونه ازمحلول استاندارد مقداری‌معادل ۱ میلی‌گرم مالاتیون‌علاوه شد وبه ترتیب بالا عمل‌گردید(۲ تکرار) . نتایج این سری آزمایشات که با مقایسه با منحنی استاندارد مالاتیون محاسبه شده در جدول ۲ منعکس می‌باشد .

جدول ۲- مربوط به‌آزمایش بازیافتی

مشخصات‌نمونه	عصاره صافشده سانتیمتر مکعب	T	E	P. P. m دستی‌اضافه‌شده	P. P. m یافته شده	P. P. m درصدریکاوری
۵۰۰ گرم سیب سمپاشی نشده	۳۱۵	۹۸/۵	۰/۰۰۶۶	۰	۰	—
۵۰۰ گرم سیب سمپاشی نشده +۱۰ سانتیمتر مکعب‌محلول معادل ۱ میلیگرم مالاتیون	۳۳۰	۵۳/۲۵	۰/۲۷۳	۲/-	۱/۹	%۹۵

آزمایش اصلی

۱ ـ سمپاشی درختان

ابتدا درختان سیب محوطه شماره ۱ مؤسسه جهت انجام آزمایش انتخاب‌گردیدند (جمعاً ۹ ردیف هرردیف شامل ۱۲ درخت) ۵ ردیف‌جنوبی بااملسیون ۵۷٪، مالاتیون کارخانه‌سیانامیددرتاریخ ۵۰/۶/۶ با سمپاش موتوری Solo ۸۰ لیتری به نسبت ۲٪ سمپاشی‌گردیدند . مجموعاً ۲۸۰ لیتر محلول مصرف شد (بطور متوسط برای هر درخت ۴/۵ لیتر املسیون) توضیح اینکه در زمان سمپاشی ونمونه‌برداری هوا آفتابی تا کمی ابری بود وبارندگی نیز اتفاق نیفتاد .

۲ ـ نمونه‌برداری

نمونه برداری ۹ نوبت وبفواصل زمانی یکساعت بعد از سمپاشی ، ۱، ۲، ۳، ۴، ۵، ۶، ۷، ۸ روز پس از سمپاشی‌انجام‌گرفت ودر هر نوبت از تمام‌درختان ۲-۳ کیلو میوه بطوراتفاقی جمع‌آوری‌میگردیدوبآزمایشگاه منتقل می‌شد .

۳ ـ کار در آزمایشگاه

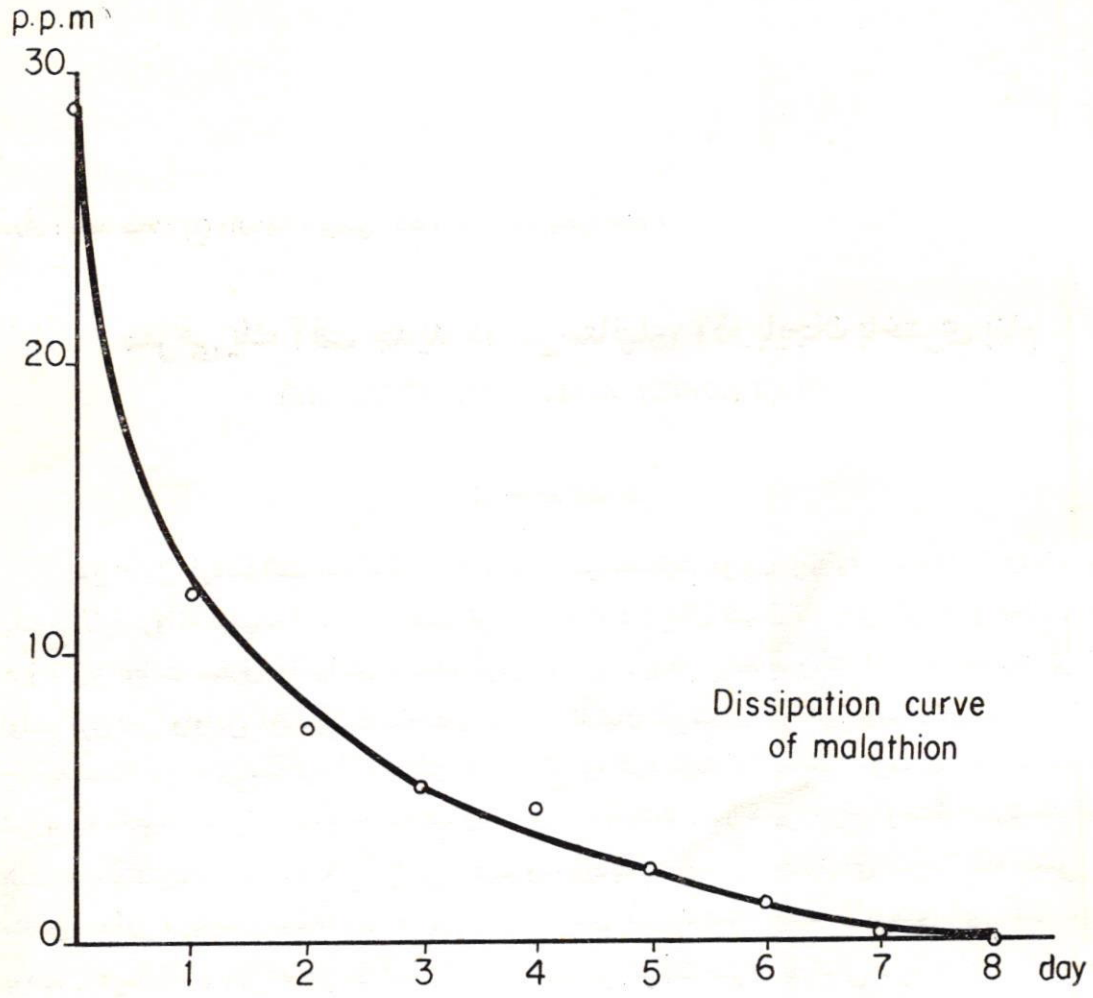
از نمونه‌های تهیه شده یک نمونه ثانوی بوزن یک کیلو انتخاب می‌شد وپس از خرد کردن وعصاره‌گیری مقدار معینی عصاره که‌مقدار احتمالی مالاتیون در آن در حدود مقدارمالاتیون در نمونه‌های استانداردبود انتخاب وبروش استاندارد وبازیافتی عمل میگردید و شدت جذب رنگ حاصل اسپکتروفتومتری میشد . مشخصات این آزمایشها با ذکر تاریخ نمونه برداری ، مدت زمان پس از سمپاشی مقدار عصاره بدست آمده وانتخاب شده برای آزمایش اکستنگسیون و ترانسمیتانس مربوط ومقدار مالاتیون به میلی‌گرم منتج از منحنی استاندارد و P.Pm بدست آمده در جدول ۳ منعکس‌است :

جدول ۳

تاریخ نمونه‌بردای	فاصله نمونه‌برداری با سمپاشی روز	مقدار عصاره صافشده سانتیمترمکعب	مقدارعصاره انتخاب شده سانتیمتر مکعب	T	E	مقدارمالاتیون میلی‌گرم	P. P. m بدست‌آمده
۵۰/۶/۶	۰	۷۱۰	۵۰	۲۲	۰/۶۵۸	۱/۴۵	۲۹/-
۵۰/۶/۷	۱	۷۰۵	۱۰۰	۲۸	۰/۵۵۳	۱/۲۳	۱۲/۳
۵۰/۶/۷	۲	۶۹۰	۱۰۰	۴۷	۰/۳۲۸	۰/۷۶	۷/۶
۵۰/۶/۹	۳	۷۰۰	۱۰۰	۵۸	۰/۲۳۶	۰/۵۷	۵/۷
۵۰/۶/۱۰	۴	۶۸۵	۱۰۰	۶۳/۵	۰/۱۹۷	۰/۴۸	۰/۴۸
۵۰/۶/۱۱	۵	۷۳۲	۱۰۰	۷۷/۵	۰/۱۱۰	۰/۲۶	۲/۶
۵۰/۶/۱۲	۶	۷۵۵	۱۰۰	۸۹/-	۰/۰۵۰	۰/۱۵	۱/۵
۵۴/۶/۱۳	۷	۷۲۸	۱۰۰	۹۶/۴	۰/۰۱۵	۰/۰۲	۰/۲
۵۴/۶/۱۴	۸	۷۲۰	۱۰۰	۹۸/۵	۰/۰۰۶۶	کمتراز۰/۰۱	کمتراز

نتیجه

با انتقال مقدار باقیمانده سم در محور عرضها و روزهای نمونه‌برداری در محور طولها منحنی اتلاف سم بدست‌میآید (شکل ۳) .



شکل ۳

با در نظرگرفتن مقدار مجاز باقیمانده سموم مالاتیون روی سیب بمیزان PPm ۸ که فعلا مورد قبول ایران نیز میباشد ورقم ppm بدست آمده در آزمایشها می‌توان‌دوره کارنس ۲-۳ روزه برای مالاتیون دراین مورد قائل شد .