

气相色谱法测定蔬菜中菊酯类农药

刘振坤, 蔡继红

(淮安市环境监测中心站, 江苏 淮安 223001)

摘要: 以等量混合的丙酮和石油醚为提取剂, 石英毛细管色谱柱分离, 电子捕获检测器检测的气相色谱法测定蔬菜中氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯农药残留。以保留时间定性, 外标法定量, 3 种菊酯农药的检测限分别为 0.013 mg/kg, 0.010 mg/kg, 0.035 mg/kg 相对标准差均 < 7%, 加标回收率在 75% ~ 87% 之间。该法较简便, 满足了蔬菜食用安全性的鉴别要求。

关键词: 气相色谱法; 菊酯类农药; 蔬菜

中图分类号: O657.7⁺1 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2005)03-0031-01

To Detect Multi-pesticide in Vegetable with GC

LU Zhen-kun, CAI Jihong

(Huai'an Environmental Monitoring Station, Huai'an, Jiangsu 223001, China)

Abstract To detect three kinds of pesticide: cypermethrin, fenvalerate and deltamethrin in vegetable with GC. Their detection limit was 0.013 mg/kg, 0.010 mg/kg, 0.035 mg/kg, relative standard deviation was less than 7%, recovery rate was 75% ~ 87%.

Key words GC; Multi-pesticide; Vegetable

农产品(食品)的安全性问题是当今全球关注的焦点之一, 而农产品(食品)中的农药残留又是其中一个非常重要和突出的问题。菊酯类农药大多为广谱性杀虫剂, 已用于粮食、蔬菜、水果等农作物。虽然此类农药易被人体内氧化酶降解, 无蓄积作用, 一般认为是低毒性农药, 但若使用不当或食用其污染食品, 亦会引起中毒。我国现有的农药残留检测方法大多操作步骤较繁琐, 且所用溶剂量大、种类多, 分析时间长^[1-3]。今用毛细管柱气相色谱法对其测定, 取得了较好的结果。

1 实验

1.1 主要仪器和试剂

Agilent 6890 气相色谱仪, 带电子捕获检测器(ECD); HP 1301 弹性石英毛细管柱, 15 m × 320 μm × 1.0 μm; 氮吹仪; Florish 小柱, Agilent 公司; 100.0 mg/L 氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯标准溶液, 国家标准物质研究中心; 丙酮; 石油醚。

1.2 实验方法

1.2.1 色谱条件

柱温 270 °C; 进样口温度 300 °C; 检测器温度 300 °C; 载气(高纯氮) 3 mL/min。

1.2.2 标准曲线

分别准确吸取 100.0 mg/L 氯氰菊酯(1)、氰戊菊酯(2)、溴氰菊酯(3)标准溶液 6 μL、10 μL、20 μL、40 μL、60 μL 和 80 μL 于 2 mL 容量瓶中, 用石油醚定容成一系列标准溶液, 各标准点的质量浓度分别为 0.3 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、3.0 mg/L 和 4.0 mg/L, 进行测定, 并绘制校准曲线。其回归方程: $y_1 = 305x_1 + 34$, $y_2 = 313x_2 - 12$, $y_3 = 269x_3 - 16$ 相关系数 r 均 > 0.999。

1.2.3 样品预处理

准确称取粉末蔬菜样品 8.0g 用丙酮-石油醚(等量混合)提取剂 40mL 浸泡过夜, 振荡
(下转第 35 页)

收稿日期: 2005-01-16 修订日期: 2005-04-15

作者简介: 刘振坤(1956-), 男, 江苏泰州人, 高级工程师, 大学, 从事环境监测管理和环境科学研究工作。

由图 1 中曲线 2 可见, 加钡可明显提高硒的灰化温度, 但其原子吸收曲线呈抛物线趋势; 当同时加入钡和镁, 灰化温度曲线在 400 °C ~ 1 400 °C 保持相对稳定, 从而提高了测定的可靠性。通过试验, 选择钡和镁的质量浓度均为 80 $\mu\text{g/L}$, 灰化温度 1 200 °C。

2.2 原子化温度的确定和共存元素的影响

加钡和镁基体改进剂后, 在原子化温度 2 400 °C ~ 2 700 °C 之间硒的原子吸光值基本恒定。今选择原子化温度 2 500 °C, 积分时间 7 s, 在此条件下, 牛奶中 10 种常见元素均不干扰测定。

2.3 精密度与加标回收率

测定了多个品牌纯鲜牛奶中的硒 ($n = 8$), 并作加标回收试验, 相对标准差 $< 10\%$, 加标回收率在 94% ~ 104% 之间, 精密度和准确度均较好。测定结果见表 2。

表 2 样品测定精密度与加标回收率

样品号	测定均值 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	相对标准差 /%	加标量 m/ng	回收量 m/ng	回收率 /%
1	7.2	5.2	50	48.2	96.4
2	4.8	8.3	50	47.3	94.6
3	6.4	6.5	40	39.4	98.5
4	12.3	4.7	40	40.2	100
5	7.8	4.1	30	30.3	101
6	5.6	4.1	30	28.8	96.0
7	6.7	8.9	20	20.2	101
8	5.8	5.3	20	20.7	104

[参考文献]

- [1] 谭力红, 祝凤荣. 火焰原子吸收法间接测定水中硒 [J]. 华南师范大学学报, 2000 (1): 77-84
- [2] 田笠卿, 黄振钟, 王晓蓉, 等. 等温平台无火焰塞曼原子吸收直接测定血清中硒的研究 [J]. 环境化学, 1989, 8 (4): 41-45.

本栏目责任编辑 姚朝英

(上接第 31 页)

30 min, 静置分层。吸取上清液 5 mL 于 5 mL 离心管中, 用氮吹仪吹至 3 mL 左右, 过 Florish 小柱, 滤液再用氮吹仪吹至近干, 用石油醚定容至 0.5 mL 测定, 同时称 1 份空白样, 加入一定量的标准物质, 进行加标回收率测试。

2 结果与讨论

2.1 色谱图

在选定的色谱条件下, 这 3 种菊酯农药均得到很好的分离, 其色谱峰见图 1。其中氰戊菊酯标准溶液在该试验条件下, 始终出现两个峰, 是此化合物的同分异构体, 定量时应该把这两个峰同时纳入计算。

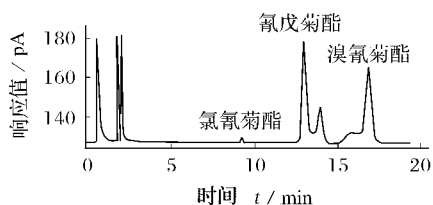


图 1 3 种菊酯农药的色谱峰

2.2 检测限

检测限以色谱仪的 2 倍噪声换算而得。氯氰菊酯 0.013 mg/kg, 氰戊菊酯 0.010 mg/kg, 溴氰菊酯 0.035 mg/kg 均能满足蔬菜食用安全性的鉴别要求。

2.3 精密度和加标回收率

在已称重的空白粉末蔬菜样品中, 加入一定量的 3 种菊酯标准物质, 使空白样品中各农药的质量比达 0.4 mg/kg 与蔬菜样品作相同处理, 进行 6 次平行测定。结果表明, 相对标准差均 $< 7\%$, 加标回收率在 75% ~ 87% 之间, 平行测定精密度和加标回收率均较好。用该法对江苏省技术监督局的考核样测定, 结果全部合格, 证明该法准确、可靠。

[参考文献]

- [1] 中国预防医学科学院标准处. 食品卫生国家标准汇编 (3) [M]. 北京: 中国标准出版社, 2000.
- [2] 农业部农药检定所. 农药残留量实用检测方法手册 (第 1 卷) [M]. 北京: 中国农业科技出版社, 1995.
- [3] 全国农药残留试验研究协作组. 农药残留量实用检测方法手册 (第 2 卷) [M]. 北京: 化学工业出版社, 2001.