

# 气相色谱法快速测定蔬菜中灭杀毙

刘 萍<sup>1</sup>, 李付江<sup>2</sup>

(1. 鹤壁市环境监测站, 河南 鹤壁 458000; 2. 鹤壁市技术监督测试中心, 河南 鹤壁 458000)

摘 要: 用蒸馏水一次提取新鲜蔬菜样品, 以 SE-30 和 QF-1 为固定液, Chromosorb W AW DMCS 为固定相, 2 m 填充柱分离, 氢火焰检测器检测, 进样 10  $\mu$ L 测定灭杀毙含量。以保留时间定性, 外标法定量, 分析时间小于 150 s。方法回收率 95.4%, 相对标准差 3.6%, 可用作上市蔬菜灭杀毙农药残留量的快速测定。

关键词: 新鲜蔬菜; 灭杀毙; 气相色谱法

中图分类号: O657.71 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2002)05-0026-01

## Fast Determination of Pesticide Destroying in Vegetable by Gas Chromatography

LIU Ping, LI Furjiang

(1. Hebi Environmental Monitoring Station, Hebi, Henan 458000, China;

2. Hebi Technology Supervision and Inspection Center, Hebi, Henan 45800, China)

**Abstract:** To extract fresh vegetable specimen one step using distilled water, to take SE-30 and QF-1 as fixed liquid, Chromosorb W AW DMCS as fixed phase, 2 m stuff column as separator, to detect using FID. The qualitative analysis was made by comparing the holding time, quantitative analysis was made by outer sign method, and determination time was less 150 s. The recovery rate was 95.4%, relative standard deviation was 3.6%.

**Key words:** Fresh vegetable; Pesticide Destroying; Gas chromatography

灭杀毙(商品名)是一种高效低毒农药, 主要成分是甲胺磷和氯戊菊酯, 市售多为乳状物, 含 21% 有效成分, 对棉花、果树、蔬菜、小麦、大豆、水稻、烟草和茶叶等多种害虫有较强的灭杀作用。人们若食用了有残留灭杀毙农药的蔬菜易引起中毒, 它主要是抑制胆碱酯酶的作用, 影响神经系统的功能。轻度中毒表现为流涎、出汗、头晕, 重者瞳孔缩小、抽搐甚至死亡。对原药中高浓度灭杀毙或农作物和蔬菜中的残留物均可用气相色谱法进行检测。

### 1 主要仪器、试剂和方法

#### 1.1 仪器和试剂

SQ-203 型气相色谱仪, FID; 9202 色谱工作站; 灭杀毙标样, 郑州农药厂提供。

#### 1.2 色谱分析条件

色谱柱 柱长 2 m, 内径 3 mm 不锈钢柱, 内填 3% SE-30+2% QF-1 Chromosorb W AW DMCS (60 目~80 目)。柱温 180  $^{\circ}$ C, 进样器和检测器温度 235  $^{\circ}$ C, 载气(高纯氮) 50 mL/min, 氢 50 mL/min, 空气 500 mL/min, 进样量 10  $\mu$ L。

#### 1.3 样品处理与测定

将新鲜四季豆样品较碎, 称取 10.0 g 于 150 mL

具塞碘量瓶内, 加蒸馏水 50 mL, 在振荡器上充分振荡 5 min, 静止, 取上层清液直接进样分析。灭杀毙标准溶液质量浓度分别为 0 mg/L, 0.05 mg/L, 0.10 mg/L, 0.20 mg/L 和 0.40 mg/L。以标准溶液的峰高与各对应质量浓度绘制标准曲线, 根据待测样品的峰高, 从标准曲线中得出待测液中灭杀毙含量。

### 2 结果与讨论

根据标准样品的保留时间可知, 25 s 的峰讯号是甲胺磷, 45 s 的峰讯号是氯戊菊酯, 整个测定在 150 s 内完成。工作中曾用数种有机溶剂处理样品, 然后分别在不同的色谱柱进行测定, 分析时间都在半小时以上, 不利于快速测定。

对 3 个不同产地的新鲜四季豆样品提取液分别进行检测, 灭杀毙含量在 1.30 mg/kg~2.20 mg/kg, 均超过国家标准规定的最大残留量 0.2 mg/kg, 不能食用。又作了加标回收试验, 回收率在 93%~98% 之间, 回收较好。

收稿日期: 2002-04-11; 修订日期: 2002-07-11

作者简介: 刘 萍(1966-), 女, 河南鹤壁人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。