

# 蔬菜中菊酯类农药残留量的监测

王英健

(辽宁石化职业技术学院, 辽宁 锦州 121001)

**摘要:** 研究了蔬菜中菊酯类农药残留量的气相色谱监测方法。采用乙腈作为提取剂。蔬菜样品经处理后, 注入气相色谱仪中, 采用石英毛细管柱, 电子捕获检测器检测, 用外标法定量。结果表明: 甲氰菊酯的回收率为 84.2%~100.6%, RSD 为 1.83%~5.47%; 氯氰菊酯的回收率为 84.7%~102.7%, RSD 为 1.05%~4.11%; 氰戊菊酯的回收率为 87.8%~103.7%, RSD 为 2.58%~3.87%; 溴氰菊酯的回收率为 83.0%~101.2%, RSD 为 1.98%~4.86%。该方法快速、简便、选择性好, 监测结果准确可靠。

**关键词:** 气相色谱法; 蔬菜; 菊酯类农药; 残留量

**中图分类号:** X 503.231 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-0009(2010)02-0039-03

菊酯类农药具有品种多、药效高、毒性低、分解快、残留少、用途广等特点<sup>[1]</sup>。在蔬菜生产中使用菊酯类农

**作者简介:** 王英健(1965—), 男, 硕士, 副教授, 现主要从事工业分析, 水土保持, 环境监测等教学管理及科研开发工作。E-mail: lnwangyingjian@163.com。

**收稿日期:** 2009-09-20

药非常普遍, 随着人们环境意识和生活质量的提高, 对蔬菜中农药残留问题越来越重视<sup>[2]</sup>, 对蔬菜中农药残留量的监测已成为食品安全检验中一项重要的工作<sup>[3]</sup>。另外随着我国农产品出口量的增加和世界贸易对农药残留量限制的提高, 强化对菊酯类农药在蔬菜中残留量的监测是十分必要的<sup>[4]</sup>。现介绍用气相色谱法监测蔬菜中甲氰菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯4种菊

## 2.4 不同留芽数量对藏红花开花植株干重的影响

由表3可知, 随着留芽数量的增多, 藏红花的柱头、雄蕊的干重增加, 但各处理间没有显著差异。

表3 不同留芽数量对藏红花花朵干重的影响

处理	干重/g		
	花瓣	柱头	雄蕊
处理1	12.1a	1.7a	3.6a
处理2	15.6a	2.3a	5.0a
处理3	14.9a	2.7a	5.5a

## 3 讨论

各指标的结果在不同处理下没有显著差异。其中含有药用价值的柱头干重随留芽数量的增多而增加, 可以建议在生产中保留2~3个侧芽, 以便提高产量。

### 参考文献

- [1] 陈书安, 王晓东, 赵兵, 等. 藏红花的研究进展[J]. 中草药, 2001, 32(12): 1137-1139.
- [2] 李再新, 黄福. 资源植物藏红花研究进展[J]. 四川食品与发酵, 2005, 41(4): 1-4.

## Effects of Different Amounts of Lateral Bud on Growth of *Crocus sativus*

LI Yun-fei<sup>1</sup>, ZHANG Zheng-wei<sup>2</sup>, LV Zhi-gang<sup>1</sup>

(1. Beijing Agricultural Technology Extension Centre, Beijing 100029; 2. Beijing Changping District of Beijing Science and Technology Committee, Beijing 102200)

**Abstract:** The effects of different amounts of lateral bud on growth of *Crocus sativus* were investigated. The results showed that there was no different that the occur time of every growth period happened. After bulbs germinating, the fastest and slowest growth speed were happened respectively under the plant of three and two lateral buds. At flowering, the pedicel and leaf length, flower diameter, amounts and of leavies of all the treatment were no distinction. The more the amount of lateral bud was, the dry weight of stamen and stigma increase, but no different between every treatment. It was suggested that with two or three lateral buds of *Crocus sativus* would have lager yield at production.

**Key words:** *Crocus sativus*; amounts of lateral bud; growth

酯类农药残留量的方法<sup>5-9</sup>。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器 Agilent 7890A 型气相色谱仪(美国安捷伦科技有限公司); SE812 型氮吹仪(北京帅恩科技有限责任公司); HY-5 调速多用振荡器(江苏金坛市亿通电子有限公司); Florisil 柱(美国安捷伦科技有限公司); 10  $\mu$ L 微量注射器。

1.1.2 试剂 乙腈; 正己烷; 丙酮; 氯化钠(140 $^{\circ}$ C烘烤4 h)等化学试剂均为分析纯。氟罗里硅土(Florisil); 80~100 目, 在马弗炉中 450 $^{\circ}$ C灼烧 4 h, 放入干燥器中冷却至室温, 备用。标准品: 甲氰菊酯; 氯氰菊酯; 氰戊菊酯; 溴氰菊酯。标准液: 准确吸取一定量甲氰菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯标准品, 用正己烷稀释, 并配成 10 mg/L 标准储备液。混合标准液: 分别准确吸取甲氰菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯标准液 0.5 mL 于 10 mL 容量瓶中, 用正己烷定容, 得到 0.5 mg/L 4 种农药混合标准液。标准曲线绘制: 取混合标准液(0.5 mg/L)0.4、0.8、1.2、1.6、2.0 mL 于 10 mL 容量瓶中, 用正己烷定容, 标准曲线浓度为 0.02、0.04、0.06、0.08、0.10 mg/L。

### 1.2 气相色谱操作条件

检测器: 电子捕获检测器; 色谱柱: HP-1701 石英毛细管柱(25 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu$ m); 载气、尾吹气: 氮气(纯度 $>$ 99.999%); 载气流速 1.0 mL/min; 尾吹气流速: 45 mL/min; 柱温: 60 $^{\circ}$ C保持 1 min, 以 20 $^{\circ}$ C/min 的升温速度升温至 280 $^{\circ}$ C, 保持 25 min; 进样口温度: 280 $^{\circ}$ C; 检测器温度: 300 $^{\circ}$ C; 进样方式: 不分流进样; 进样量: 1  $\mu$ L; 定量方法: 外标法。

### 1.3 监测方法

准确称取 20.0 g 蔬菜样品, 切碎, 放入匀浆机中, 加入 50 mL 乙腈, 高速匀浆 2 min。过滤, 滤液收集到装

有 10 g 氯化钠的 100 mL 具塞量筒内。盖上塞子, 剧烈震荡 1 min, 在室温下静置 10 min, 使乙腈相和水相分离。移取 5.0 mL 乙腈相溶液, 放入 100 mL 烧杯中, 在 55 $^{\circ}$ C 水浴中蒸发、浓缩至近干, 加入 2.0 mL 正己烷。

取 5.0 mL 正己烷: 丙酮=1:1(V/V)及 5.0 mL 正己烷淋洗 Florisil 柱, 将烧杯中 2 mL 正己烷溶解的样品溶液倒入 Florisil 柱中, 用 5.0 mL 正己烷: 丙酮溶液淋洗 2 次, 洗脱液收集于 100 mL 烧杯中。此洗脱液在 55 $^{\circ}$ C 水浴中, 用氮吹仪通入 N<sub>2</sub>, 吹至近干, 加入正己烷定容至 5.0 mL, 待测。

## 2 结果与分析

### 2.1 色谱分析

在选定条件下, 4 种菊酯类农药得到很好的分离, 如图 1 所示色谱图。其标准品的保留时间分别为: 甲氰菊酯 9.356 min; 氯氰菊酯 10.467、11.374、12.095、13.268 min; 氰戊菊酯 15.852 min、17.694 min; 溴氰菊酯 24.453 min。

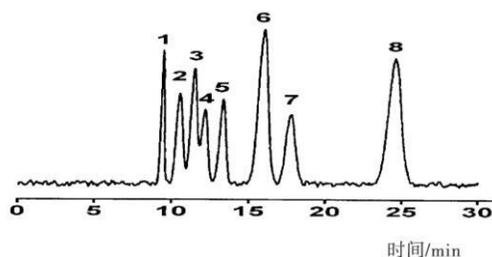


图 1 4 种菊酯类农药的色谱图

### 2.2 线性关系

标准曲线的回归方程分别为甲氰菊酯  $y = 2397.9x + 1.78$ ,  $r = 0.9901$ ; 氯氰菊酯  $y = 2892.0x + 1.86$ ,  $r = 0.9914$ ; 氰戊菊酯  $y = 2221.0x - 0.78$ ,  $r = 0.9940$ ; 溴氰菊酯  $y = 1836.6x + 3.48$ ,  $r = 0.9926$ 。

表 1 加标回收率

农药	添加浓度 /mg $\cdot$ L <sup>-1</sup>	回收率/%					平均回收率 /%	RSD /%
		1	2	3	4	5		
甲氰菊酯	0.01	96.8	85.0	84.3	84.2	90.3	88.1	5.47
	0.10	92.3	94.5	94.3	94.0	97.4	94.5	1.83
	0.50	98.3	100.6	98.5	99.4	95.1	98.4	2.03
氯氰菊酯	0.01	87.5	84.4	92.5	84.7	92.9	88.4	4.11
	0.10	98.2	98.8	96.4	96.5	97.9	97.6	1.05
	0.50	98.4	100.3	98.3	102.7	98.0	99.6	2.00
氰戊菊酯	0.01	89.2	93.2	97.7	87.8	91.2	91.8	3.87
	0.10	96.4	94.0	97.0	96.7	90.1	94.9	2.93
	0.50	97.9	97.9	103.7	101.4	98.6	99.9	2.58
溴氰菊酯	0.01	85.7	91.4	93.0	94.2	83.0	89.5	4.86
	0.10	93.7	98.8	95.3	90.0	96.0	94.7	3.23
	0.50	96.3	96.7	98.4	97.1	101.2	97.9	1.98

### 2.3 加标回收率

以白菜为监测对象,分别添加 0.01、0.10、0.50 mg/L 甲氰菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯、溴氰菊酯农药进行回收率测定,每种浓度测定 5 次,测定结果见表 1,甲氰菊酯的回收率为 84.2%~100.6%,RSD 为 1.83%~5.47%;氯氰菊酯的回收率为 84.7%~102.7%,RSD 为 1.05%~4.11%;氰戊菊酯的回收率为 87.8%~103.7%,RSD 为 2.58%~3.87%;溴氰菊酯的回收率为 83.0%~101.2%,RSD 为 1.98%~4.86%,可满足农药残留量监测的要求。

蔬菜	甲氰菊酯	氯氰菊酯	氰戊菊酯	溴氰菊酯
白菜	0.103	—	0.084	0.186
豆角	—	—	0.094	0.140
黄瓜	0.069	—	—	—
青椒	—	—	0.052	—
茄子	0.124	—	—	0.133

注:“—”表示未检出。

### 3 蔬菜中 4 种菊酯类农药的残留量

对白菜、豆角、黄瓜、青椒进行监测,其监测结果见

表 2。监测结果表明,该方法的条件,完全符合菊酯类农药在蔬菜中残留量的监测要求。

### 4 结论

对 4 种菊酯类农药的分离效果好、准确度高,灵敏度和精密性好,该试验方法样品处理简便、省时,色谱分离明显、测定结果准确。

#### 参考文献

- [1] 张惠兰,周建英,孟淑洁等.蔬菜中菊酯类农药残留情况调查[J].辽宁农业科学,2001(3):15-16.
- [2] 黄土忠,陈国光,王继军.有机氯农药残留分析方法标准化的研究[J].农业环境与发展,1995,4(2):30-35.
- [3] 许晓国.气相色谱(ECD)法同时测定蔬菜和水果中 8 种菊酯类农药残留[J].中国卫生检验杂志,2008,18(1):62-63.
- [4] Ch L R, Avramides E J, Visi E. Determination of residues endosulfan and five pyrethroid insecticides in virgin olive oil using gas chromatograph with electron-capture detection[J]. J chromatography A, 2001, 921: 297-304.
- [5] 赵维佳,高巍,陈如东等.青菜中多种菊酯类农药残留量的分析方法[J].南京农业大学学报,2004,27(1):105-107.
- [6] 刘振坤,蔡继红.气相色谱法测定蔬菜中菊酯类农药[J].环境监测管理与技术,2005,17(3):31-35.

## The Monitoring Pyrethroid Pesticide Residue in Vegetables

WANG Ying-jian

(Liaoning Petrochemical Vocational and Technology College, Jinzhou, Liaoning 121001)

**Abstract:** A method for monitoring pyrethroid pesticide residue in vegetables by gas chromatography was studied. Acetonitrile was taken as the extractant. After the samples were dealt with, they were poured into the gas chromatography apparatus. The quartz capillary vessel column was used, and we examined it with the electron capture detector, using an external standard for quantification. The result indicated that the recoveries of the fenpropathrin ranged from 84.2% to 100.6%, with a RSD of 1.83% to 5.47%; the recoveries of cypermethrin ranged from 84.7% to 102.7%, with a RSD of 1.05% to 4.11%; the recoveries of the fenvalerate ranged from 87.8% to 103.7%, with a RSD of 2.58% to 3.87%; the recoveries of deltamethrin ranged from 83.0% to 101.2%, with a RSD of 1.98% to 4.86%. The method was simple, fast, and the selectivity was good. The monitoring result was accurate and reliable.

**Key words:** gas chromatography; vegetables; pyrethroid pesticide; residues

### 郑重声明:

本刊所有文章均采用学术不端文献检测系统,请确保您所投文章无抄袭与剽窃、伪造、篡改、不当署名、一稿多投等学术不端行为!本刊所有文章文责自负。