

气相色谱-质谱联用测定水果和蔬菜中吡蚜灵残留量

钱宗耀, 刘河疆, 王建梅, 周晓龙

(新疆农业科学院 中心实验室 农业部农产品质检中心, 乌鲁木齐 830091)

摘要:建立气相色谱-质谱联用测定水果和蔬菜中吡蚜灵农药残留量的检测方法。样品经过提取、净化、浓缩后,用气质联用进行检测。方法的检出限0.05 mg/L,样品中吡蚜灵的平均添加回收率在79.7%~89.5%之间,变异系数在3.21%~4.78%之间。

关键词:气相色谱-质谱;吡蚜灵;残留量

中图分类号:TQ450.2 文献标志码:A 文章编号:1006-0413(2010)11-0828-02

Determination of the Residues of Pyridaben in Fruits and Vegetables by GC-MS

QIAN Zong-yao, LIU He-jiang, WANG Jian-mei, ZHOU Xiao-long

(Center Laboratory of Xinjiang Academy of Agricultural Science, Agricultural Products Quality
Inspection Center, Urumqi 830091, China)

Abstract: A simply and rapid method was established for determining pyridaben residues in fruits and vegetables through the experiment by GC-MS. Samples were extracted, cleaned up, derivative and subjected to GC-MS. The lowest detectable concentration in samples was 0.05 mg/L. Samples recoveries ranged from 79.7-89.5%. The coefficients of variation was 3.21-4.78%.

Key words: GC-MS; pyridaben; residue

吡蚜灵(pyridaben)又名速蚜酮、吡蚜酮等,属杂环类低毒杀虫、杀蚜剂,杀蚜谱广,其触杀性强,无内吸、传导和熏蒸作用,对叶蚜的卵、幼蚜、成蚜都有良好的杀灭效果,且药效好,持效期长,可用于苹果、梨、柑橘等果树。作为一种广泛使用的农药,其在环境和农作物中的残留情况一直备受关注^[1-2]。目前有关吡蚜灵的气相色谱检测已有报道^[3],但应用气质联用测定吡蚜灵残留量的报道还较少。本实验建立了在水果和蔬菜中检测吡蚜灵的气质联用方法,具有很好的实用效果。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

气相色谱-质谱联用仪(Perkin Elmer珀金埃尔默,Clarus500),分析天平(Mettler-toledo梅特勒-托利多),匀浆机(IKA仪科),旋转蒸发仪(EYELA埃朗)。乙腈(Fisher Scientific飞世尔),氯化钠(天津盛奥化学试剂厂),甲醇(Fisher Scientific飞世尔),石墨化炭黑-氨基柱(VARIAN瓦里安)。吡蚜灵(1000 mg/L,农业部环境质量监督检验测试中心)。

1.2 仪器条件

色谱柱:HP-5MS(30 m×0.25 mm×0.5 μm);载气:氦气(99.999%);流速:1.0 mL/min;进样:1.0 μL,不分流;进样口温度:250 ℃;程序升温:100 ℃保持1 min,20 ℃/min升温至280 ℃,保持20 min;离子化方式:电子轰击(EI);离子化能量:70 eV;离子源温度:230 ℃;传输线温度220 ℃;溶剂

延迟:5 min;扫描范围:50~400 amu;检测方式:SIM;定性离子: m/z 117,132,148;定量离子:147;定量方式:外标法。

1.3 实验方法

1.3.1 标准溶液配制

准确移取标准品溶液,用甲醇定容配成20 mg/L的标准母液,分别配成质量浓度为0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 mg/L标准液。

1.3.2 样品处理提取

向50 g样品中加入100 mL乙腈,高速匀浆提取2 min后,过滤至装有12~15 g氯化钠的具塞量筒中,剧烈振摇1 min后,静置分层20 min,上层乙腈相体积约为70~80 mL。

1.3.3 固相萃取净化

吸取20 mL提取液,减压旋转蒸发后,过石墨化炭黑-氨基传柱净化,淋洗体系为乙腈-甲苯(体积比3:1),使用5 mL淋洗液预淋洗柱子,加6 mL淋洗液溶解上样,上样后使用25 mL淋洗柱子,收集洗脱液共31 mL,减压旋转蒸发近干后,用甲醇定容至2.5 mL进样。

2 结果与讨论

2.1 方法线性关系和检出限

用20 mg/L标准液配制成质量浓度分别为0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 mg/L标准液,分别进样分析,得到吡蚜灵色谱峰面积(见图1)。以标准液质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,

收稿日期:2010-04-22,修返日期:2010-07-21

作者简介:钱宗耀(1982—),男,安徽合肥人,中级实验师。E-mail:qianzongyao@yahoo.com.cn。

通讯作者:周晓龙(1976—),男,新疆乌鲁木齐人,中级实验师。E-mail:zx1_1234@sina.com。

绘制标准曲线。得哒螨灵标准曲线为 $y=283.5x-942.61$,相关系数 $r^2=0.9993$,在0.5~10 mg/L范围内线性关系良好。在上述仪器条件下,哒螨灵的检出限为0.05 mg/L,定量限为0.5 mg/L。

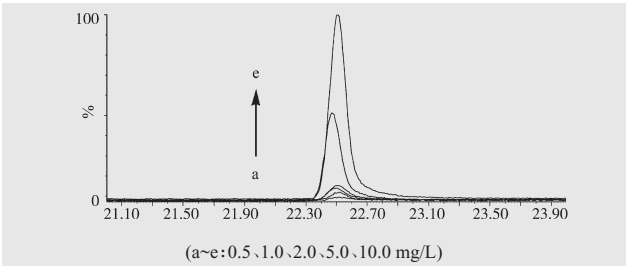


图1 不同质量浓度条件下哒螨灵色谱图

2.2 样品分析

取不含哒螨灵的水果和蔬菜提取浓缩液作为空白样本,用全离子扫描和选择离子扫描分别对不同样品本底及其添加哒螨灵标准溶液进行检测,见图2。

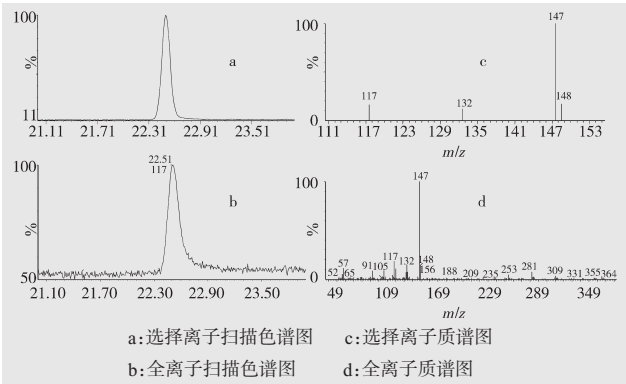


图2 不同检测模式下苹果样品加标图

2.3 方法回收率和精密度

分别向不同水果和蔬菜空白提取液中添加2个质量浓度水平,分别为1.0、2.0 mg/L,每个水平重复测定3次,考察其回收率和精密度(见表1)。

表1 哒螨灵添加回收率与RSD值

试样	添加量/(mg·L ⁻¹)	平均回收率/%	RSD/%
苹果	1.0	84.3	3.21
	2.0	88.6	3.45
葡萄	1.0	79.7	4.32
	2.0	82.9	3.56
黄瓜	1.0	85.4	3.58
	2.0	83.2	4.37
西红柿	1.0	84.7	4.78
	2.0	80.2	4.10
大白菜	1.0	81.1	3.98
	2.0	89.5	3.55

3 结论

本方法具有准确性与精密度高、线性关系良好、操作简单、快速、分离效果好的优点,是定性与定量分析蔬菜和水果中哒螨灵残留量的理想方法。

参考文献:

[1] 马辉, 张少军, 张东海. 哒螨灵在苹果和土壤中的残留动态研究[J]. 河北农业科学, 2007, 11(1): 108-110.
[2] 徐浩, 赵华, 李振. 速螨酮在柑橘及土壤中的残留及溶解动态[J]. 浙江农业学报, 2006, 18(2): 90-93.
[3] 张雪燕, 尚慧, 陈静. 哒螨灵在柑橘上的残留动态研究[J]. 西南农业学报, 2005, 18(6): 777-781.

责任编辑: 李新

(上接第800页)

根据上述情况和对近几年稻瘟病的防治情况及稻瘟灵的生产情况:该产品每年市场使用量可达几万吨,且有大量的出口,具有广阔的市场发展前景。

3.2 经济效益与社会效益分析

以40%稻瘟灵乳油计,根据目前原料价格生产成本12 000元/t左右,销售价18 000元左右,盈利5 000~6 000元/t,农药基本上是免税产品,按每年生产5 000 t计,可盈利2 500~3 000万元。

我国已有几十个厂家用稻瘟灵为基本原料进行复配,生产各种制剂,需要大量的稻瘟灵,预计全国的需求量为2万吨,该新技术可为农民节约用药成本1亿元。

3.3 存在的主要问题及深入研究的设想

实验合成收率稳定在90%以上,含量达到95%以上。

但中试生产收率大部分仅高于85%,小部分试验结果达到90%,因此还有潜力可挖,如何将收率稳定在90%以上,是非常值得研究的问题。

参考文献:

[1] 彭云良, 刘经芬, 叶钟音. 稻瘟病菌对稻瘟灵耐药性研究[J]. 植物保护学报, 1993(1): 77-81.
[2] 朱国念, 刘乾开, 韩见龙. 稻瘟灵在水稻上的残留特性研究[J]. 农药科学与管理, 1993(3): 19-22.
[3] 车淑静. 稻瘟病菌对稻瘟灵的敏感性检测和抗药风险分析[J]. 北方水稻, 2008(3): 32-34.
[4] 梁百能, 唐立新. 相转移催化法合成稻瘟灵[J]. 湖南化工, 1998(2): 11-12.
[5] 陈丽. 气相色谱法测定水产品中稻瘟灵残留量[J]. 化学工程师, 2009(8): 38-40.
[6] 尤青山. 气相色谱法测定大米中稻瘟灵残留量[J]. 黑龙江农业科学, 2009(5): 105-107.

责任编辑: 赵平