

鲜人参中有机农药六六六的检测

辽宁省药品检验所(沈阳110023) 李庆民 营口市药品检验所 张立军

人参由于种植地域不同,施肥各异,所以含农药残留量不一,影响人参药材质量及出口。本文用气相色谱法-电子俘获检测器对其进行测定。

1 仪器与试剂

GC-9A气相色谱仪,附C-R2AX数据处理机, ECD-9电子俘获检测器,池电流0.5nA,检测器温度300°C。色谱柱:2m×3.2mm玻璃柱,固定液:OV12%,担体:Chromosorb W(AW-DMCS)60~80目,柱温185°C,载气:氮气,35ml/min。

α 、 β 、 γ 、 δ 4种异构体六六六对照品,由沈阳化工研究院提供。

2 线性关系试验

取 α 、 β 、 γ 、 δ 4种异构体六六六,配成0.1 μ g/ml浓度的丙酮溶液,分别取1~5 μ l,在上述条件下注入气相色谱仪进行测定,求进样量与峰面积($1 \times 10^4 \mu V \cdot S$),回归方程为: α 体:A=0.16, B=5.2, r=0.9999; β 体:A=0.21, B=7.1, r=0.9993; γ 体:A=0.29, B=6.3, r=0.9995; δ 体:A=0.17, B=4.8, r=0.9997。

3 对照品溶液的制备

取 α 、 β 、 γ 、 δ 4种异构体六六六,精密称定,配成1 μ g/ml浓度的丙酮溶液。

4 样品液的制备

取鲜人参10g,切成小块,用药缸捣碎,加石油醚(30~60°C)20ml,丙酮20ml,浸泡24h以上,中间振摇数次。浸液离心、过滤,滤液加2%硫酸钠溶液30ml,振摇2min,静置分层,石油醚-丙酮溶液用装有无水硫酸钠的漏斗过滤,水浴浓缩成20ml。加2ml硫酸(1/10体积),振摇、静置,弃去硫酸液。石油醚-丙酮液用装有无水硫酸钠的漏斗过滤,滤液置水浴上蒸干,精密加入丙酮25ml溶解。

5 测定方法

取对照品液和样品液,分别进样,得色谱图及其峰面积,外标法计算,结果见表。

6 讨论

6.1 电子俘获检测器的灵敏度高(检测限0.2pg, γ -BHC),线性范围宽(10^4 , γ -BHC)(Shimadzu Corporation, Japan, Instruction

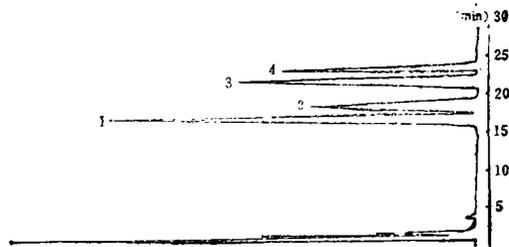


图 六六六色谱图

1- α 2- β 3- γ 4- δ

表 鲜人参中六六六的测定结果(1×10^{-6} g/g)

日期	1990-08				1992-08			
	1-1	1-2	1-3	1-4	2-1	2-2	2-3	2-4
α	0.003	0.015	0.061	0.655	*	*	0.400	
β	0.024	0.612	0.068	1.055	0.220	0.360	0.150	*
γ	0.001		0.008	0.238		*	1.020	*
δ	0.014	2.324	0.114	0.522	0.080	0.03	0.900	

*为色谱图上峰较小未作计算

manual Gas chromatograph for Electron Capture Detector ECD-9),是检测六六六的理想工具。

6.2 本实验中样品液的净化非常重要,否则会污染检测器。另外,在仪器灵敏度足以检测的条件下,尽量减少进样量。

6.3 关于有机氯农药残留量的分析方法已有论述(樊德方.农药残留量分析与检测.上海:上海科技出版社,1982.140)。本实验未作加样回收率试验,主要基于农药残留在植物细胞组织中,回收率不能反映出植物体内的浸出率。只有对药材充分粉碎、浸泡。对人参粉碎后浸泡时间作了考察,18h与24h检出量基本一致,所以采用24h以上更为适宜。

6.4 本法检测结果准确、可靠,为人参药用、出口提供了科学依据。

致谢:本实验得到了辽宁省参茸中心刘子斌同志的协助。

(1993-06-22收稿)