

毛细管气相色谱法分析西洋参中有机氯农药残留量

李 庆¹, 邹巧根^{2*}

(1. 无锡市药品检验所, 江苏 无锡 214021; 2. 中国药科大学, 江苏 南京 210009)

摘要: 目的 测定西洋参中有机氯农药六六六(BHC)、DDT、五氯硝基苯等 9 个组分残留。方法 采用毛细管气相色谱法。结果 40 种不同产地西洋参分析结果, BHC 残留符合我国对粮食规定标准 ($\leq 0.3 \mu\text{g/g}$), DDT 各样品中残留高出我国规定标准 ($\leq 0.2 \mu\text{g/g}$)。结论 应对进口西洋参药材及制剂增加农药残留量检测及规定限量标准。
关键词: 毛细管气相色谱; 西洋参; 有机氯农药; 残留量

中图分类号: R927.2 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2001)05-0415-02

Determination of residue of organic pesticides in *Panax quinquefolius* by CGC

LI Qing¹, ZOU Qiao-gen²

(1. Wuxi Institute for Drug Control, Wuxi, Jiangsu 214021, China; 2. China Pharmaceutical University, Nanjing Jiang-su 210009, China)

Key words capillary gas chromatography (CGC); *Panax quinquefolius* L. pesticide chlorine of organic; residue

西洋参是一味名贵中药材, 有滋阴润肺之功效, 较多地用于滋补保健。我国销售的西洋参大部分是从美国、加拿大进口的种植参。然而, 目前对西洋参中农药残留量的分析尚无报道。本文收集了不同产地的西洋参, 采用 GC-ECD 检测器对其有机氯农药残留量进行了测定。

1 实验材料与方法

1.1 试剂与样品: 试剂均为分析纯, 实验用水为重蒸馏水。农药标准品 α -BHC、 β -BHC、 γ -BHC、 δ -BHC、五氯硝基苯、pp-DDE、pp-DDD、op-DDT、pp-DDT 由国家标准物质研究中心提供。

样品: 美国、加拿大进口的不同规格的西洋参 (共 40 个样品)。

1.2 仪器装置: 美国产 Hewlett Packard 5890 气相色谱仪, HP3394 记录仪, 超声波清洗器 T-310 型。

1.3 色谱条件: J.W. 公司 SE-54 弹性毛细管柱, $30\text{m} \times 0.25\text{mm}$; 进样口温度 230°C ; 进样方式为不分流进样; 纸速 1cm/min ; 进样量 $1\mu\text{L}$; 升温程序为初始 100°C , 10°C/min 升至 220°C , 8°C/min 升至 250°C , 保持 10min ; 检测器为 ECD, 300°C ; 载气和尾气均为高纯氮气, 流速为 60mL/min 。

1.4 测定方法

1.4.1 标准品储备液的制备: 分别精密量取标准品 1mg/mL BHC 和 0.1mg/mL DDT 1mL , 各置于 100mL 的容量瓶中, 加石油醚定容; 精密量取五氯硝基苯

1.02mg 于 100mL 容量瓶中, 加石油醚溶解并定容。BHC 的浓度为 $10\mu\text{g/mL}$; DDT 的浓度为 $1\mu\text{g/mL}$; 五氯硝基苯的浓度为 $10.2\mu\text{g/mL}$ 。

1.4.2 标准品溶液的制备: 分别精密量取有机氯农药 BHC 和 DDT 以及五氯硝基苯的储备液适量于 100mL 的容量瓶中, 加石油醚定容。混合液中各组分的浓度分别为: α 、 β 、 γ 、 δ -BHC 为 $0.25\mu\text{g/mL}$; pp-DDE、pp-DDD、op-DDT、pp-DDT 为 $0.15\mu\text{g/mL}$; 五氯硝基苯为 $0.102\mu\text{g/mL}$ 。

1.4.3 标准曲线的绘制: 分别精密吸取混和液 2, 1, 0.5, 0.20, 0.15, 0.125, 0.10 mL 于 10mL 容量瓶中, 用石油醚定容, 摇匀后进行 GC 分析。进样量为 $1\mu\text{L}$ 以各组分的 A/C 作图, 线性关系良好, 结果见表 1。

1.4.4 样品测定: 取样品于 60°C 干燥 4 h, 粉碎过 5 号筛, 精密称取 2.0g 置于 100mL 具塞锥形瓶中, 加入 20mL 蒸馏水浸泡过夜。精密加入 40mL 丙酮称重, 超声 30min 补足重量, 加约 6g 氯化钠振摇片刻后, 再精密加入 30mL 二氯甲烷称重, 超声 15min 补足重量。静置分层。将有机相移入装有无水硫酸钠的 100mL 具塞锥形瓶中脱水 4 h。精密量取 35mL 上述有机相于 100mL 梨形瓶中 40°C 减压浓缩至近干, 加少量石油醚反复除尽二氯甲烷和丙酮, 用石油醚少量溶解, 全部转移至 10mL 具塞刻度试管中, 加石油醚至 5mL , 向试管中加入 1mL 浓硫酸, 振摇 1min , 离心 (3000r/min) 10min ,

吸取上清液备用。精密吸取 1μ L样品液进行分析。1. 4. 5 回收率实验: 在样品中加入一定量的标准品

表 1 9种农药组分的标准曲线

农药组分	标准曲线	相关系数 (r)	线性范围 (μ g /m L)
α-BHC	Y= 1. 594X - 9. 144 10 ⁻³	0. 999 9	2. 5× 10 ⁻³ ~ 0. 25
β-BHC	Y= 2. 664X - 3. 857 10 ⁻³	0. 998 6	2. 5× 10 ⁻³ ~ 0. 25
γ-BHC	Y= 1. 604X - 1. 203 10 ⁻⁴	0. 999 9	2. 5× 10 ⁻³ ~ 0. 25
δ-BHC	Y= 1. 803X - 3. 864 10 ⁻³	0. 999 0	2. 5× 10 ⁻³ ~ 0. 25
五氯硝基苯	Y= 1. 153X - 4. 724 10 ⁻³	0. 990 9	1. 02× 10 ⁻³ ~ 0. 102
pp-DDE	Y= 3. 024X - 0. 128	0. 996 8	1. 5× 10 ⁻³ ~ 0. 15
pp-DDD	Y= 3. 382X - 4. 899 10 ⁻²	0. 991 7	1. 5× 10 ⁻³ ~ 0. 15
op-DDT	Y= 2. 544X - 0. 24	0. 994 3	1. 5× 10 ⁻³ ~ 0. 15
pp-DDT	Y= 1. 993X - 3. 904 10 ⁻³	0. 993 0	1. 5× 10 ⁻³ ~ 0. 15

溶液进行加样回收率实验,样品按上述供试品提取
净化,测定操作程序进行,结果见表 2

表 2 回收率实验结果 (n= 9) (%))

农 药	平均 回收	相对偏 差率	农 药	平均 回收	相对偏 差率
α-BHC	87. 06	8. 72	pp-DDE	90. 48	6. 20
β-BHC	91. 01	5. 63	pp-DDD	86. 46	6. 29
γ-BHC	94. 03	9. 06	op-DDT	83. 76	4. 24
δ-BHC	83. 12	4. 74	pp-DDT	82. 20	6. 41
五氯硝基苯	98. 48	8. 74			

1. 4. 6 精密度试验: 吸取稀释后混合标准溶液 1
μ L,重复进样 5次,其 RSD分别为 α-BHC 3. 1%、β-
BHC 1. 3%、γ-BHC 4. 5%、δ-BHC 4. 1%、五氯硝基
苯 4. 8%、pp-DDE 3. 3%、pp-DDD 5. 7%、op-DDT

4. 4%、pp-DDT 7. 6%。

2 结果与讨论

对 40种不同产地的西洋参进行有机氯类农药
残留量的分析,发现有 7个样品中其 α-BHC β-
BHC γ-BHC δ-BHC 五氯硝基苯、pp-DDE pp-
DDD op-DDE pp-DDT均有检出(表 3) 各样品中
BHC的残留量均符合我国对粮食中 BHC(BHC≤
0. 3μ g /g)规定的标准。DDT在各样品中的残留量
均高出我国对粮食中 DDT(DDT≤ 0. 2μ g /g)规定
的标准。有必要在进口西洋参药材及制剂的检验标
准中增加农药残留量检查及规定限量标准

参考文献:

表 3 西洋参中农药残留测定结果

编号	BHC含量 (μ g /g)					DDT含量 (μ g /g)					五氯硝基苯	总量 (μ g /g)
	α	β	γ	δ	合计	pp-DDE	pp-DDD	op-DDT	pp-DDT	合计		
1	0. 020	-	0. 011	0. 072	0. 103	0. 104	0. 062	0. 037	0. 037	0. 300	0. 465	0. 868
2	0. 030	0. 052	0. 013	0. 073	0. 168	0. 107	0. 070	0. 035	0. 128	0. 303	0. 429	0. 900
3	0. 023	0. 008	0. 017	0. 084	0. 132	0. 068	0. 033	0. 010	0. 089	0. 200	0. 112	0. 444
4	0. 019	-	0. 070	0. 069	0. 158	0. 074	0. 035	0. 019	0. 091	0. 219	0. 174	0. 551
5	0. 021	0. 028	0. 012	0. 070	0. 131	0. 384	0. 069	0. 047	0. 091	0. 591	1. 806	2. 528
6	0. 018	0. 026	0. 010	0. 069	0. 123	0. 090	0. 060	0. 011	0. 090	0. 251	2. 875	3. 249
7	0. 026	0. 025	0. 011	0. 071	0. 133	0. 071	0. 032	0. 013	0. 086	0. 202	2. 617	2. 952

[1] 范广平,洪筱坤,王智华,等. 几种进口药材中有机氯类农药的
残留分析 [J]. 中成药, 1996, 18(11): 40-41.

[2] 靖永谦,张炯炯,余虹雯,等. 栽培中药材有机氯农药残留的分
析 [J]. 中国药理学杂志, 1986, 24(9): 529-531.

(上接第 403页)

表 2 西北蔷薇果种籽脂肪油化学成分及其相对含量
(%))

峰号	化合物	相对含量	峰号	化合物	相对含量
1	十七烷	3. 74	5	软脂酸乙酯	2. 10
2	十八烷	4. 13	6	二十一烯	1. 99
3	5-丁基-十四烷	1. 22	7	油酸乙酯	4. 23
4	邻苯二甲酸二丁酯	0. 91	8	硬脂酸乙酯	1. 54
			9	亚油酸乙酯	3. 29

3 讨论

3. 1 西北蔷薇果挥发油所含化学成分主要为烃类
萜类及其衍生物。其中 C₁₈-C₂₀的正构烷烃的含量以
奇数碳高于偶数碳为特征,这与一般的自然规律相

反,值得关注。在挥发油中,以 γ-葑草烯、6-十六烯-
4-炔(反)及甲基环戊烷含量最高,西北蔷薇果生物
活性是否与这些物质有关,有待进一步研究

3. 2 西北蔷薇果种籽脂肪油主要成分为脂肪酸酯
及烃类。其中不饱和脂肪酸类化合物可降血脂,从而
发挥防治动脉硬化的作用。

3. 3 本文的研究结果可为西北蔷薇果的综合利用
和多层次、多领域开发提供科学资料及理论依据

参考文献:

[1] 全国中草药汇编编写组. 全国中草药汇编(上册) [M]. 北京:
人民卫生出版社, 1976.
[2] 俞作仁,臧庶声,程桂香. 西北蔷薇果化学成分的研究 [J]. 中
草药, 1998, 29(8): 514.