

光度法操作简便易行^[4],特别是在处方样品筛选时,操作非常方便,大大提高工作效率。一阶导数紫外光谱法可排除 PEG 等载体材料对目标药物测定的干扰,对于 Sily 固体分散体质量标准的建立以及随后的相关基础研究工作具有重要意义。

参考文献:

- [1] 孙铁民,李 锐.水飞蓟素药理研究进展[J].中草药,2000,31(3): 229-231.
- [2] 刘本亮,杨 锡.薄层扫描法测定益肝灵胶囊中水飞蓟素的含量[J].中成药,1999,21(4): 180-181.
- [3] 定天明,施蕴华,田颂九,等.水飞蓟主要有效成分分离与分析方法概述[J].中草药,1999,30(8): 637-638.
- [4] 胡晋红,朱 宇,薛佩华.二阶导数光谱法测定酮洛芬体外经皮渗透量[J].药学报,1997,32(7): 542.

瓜蒌中有机氯农药残留量测定研究

薛 健,俞敏倩,刘惠灵,张国良,张曙明,陈建民*

(中国医学科学院 中国协和医科大学药用植物研究所,北京 100094)

摘要:目的 测定瓜蒌中有机氯农药残留。方法 利用气相色谱法同时测定瓜蒌中 9 种有机氯农药的残留量。结果 方法回收率为 78.0%~102.0%,*RSD* < 10.0%,所测 10 个样品中总 BHC 及总 DDT 含量 < 0.05 $\mu\text{g/g}$ 。结论 测定结果可见本法符合农药残留分析要求,但应制定相应限量标准。

关键词:瓜蒌;有机氯农药;残留量;气相色谱法

中国分类号: R286.02 文献标识码: B 文章编号: 0253-2670(2002)1-0033-02

Determination of residue of organic chlorine pesticides in *Fructus Trichosanthis*

XUE Jian, YU Min-qian, LIU Hui-ling, ZHANG Guo-liang, ZHANG Shu-ming, CHEN Jian-min

(Institute of Medicinal Plant Development, Chinese Academy of Medical Science and

Peking Union Medical College, Beijing 100094, China)

Key words *Fructus Trichosanthis*; organic chlorine pesticides; residue; GC

瓜蒌为常用药材,有关瓜蒌的农残测定方法尚未见报道

1 实验部分

1.1 仪器及试剂: Varian 6000 气相色谱仪,配备 ⁶³N 电子捕获检测器,4270 记录仪; SE-54 石英毛细管柱 (30 m × 0.32 mm × 0.25 μm , 迪马公司); T-31 (型) 超声波清洗器 (德国)

农药标准品混合样 (α -BHC β -BHC γ -BHC PCNB δ -BHC PP-DDE PP-DDD OP-DDT PP-DDT 含量均为 100 $\mu\text{g/mL}$, 国家标准物质研究中心提供)。试剂均为分析纯,水为重蒸水,正己烷 50 mL 浓缩为 5 mL 经气相色谱仪检查无干扰峰。

瓜蒌样品共 10 个,由北京中医研究院中药研究所曹志茂教授提供。

1.2 提取、净化: 样品阴干后粉碎,过 20 目筛,精密称取混匀的样品 2 g 于 100 mL 具塞三角瓶中,加入 20 mL 水浸泡过夜,加 40 mL 丙酮并称重,超声波提取 20 min,补足重量,再加入 6 g NaCl 30 mL 二氯

甲烷并称重,超声 15 min,补足重量,静置 (过夜) 使两相完全分层,取有机相于 100 mL 具塞三角瓶杯中,加入适量无水硫酸钠脱水,精确取脱水后的有机相 35 mL 于 100 mL 蒸馏瓶中,40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴浓缩,用正己烷替换数次,浓缩近干。将浓缩后的残渣用正己烷定量转移至 10 mL 具塞刻度试管中定容至 5 mL,小心加入 1 mL 浓硫酸,振摇 1 min,静置过夜,精密吸取上清液 4 mL 于 5 mL 刻度离心管中,水浴 (低温) 或自然挥发至 1 mL 备用。

1.3 色谱条件: 载气: 高纯氮,柱前压: 59 kPa; 进样口温度: 210 $^{\circ}\text{C}$, 检测器温度: 300 $^{\circ}\text{C}$; 柱升温程序: 140 $^{\circ}\text{C}$ → 210 $^{\circ}\text{C}$ (10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$) → 250 $^{\circ}\text{C}$ (8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$); 进样量: 1 μL , 外标法定量。

1.4 标准曲线: 用标准贮备液分别配制出 0.5, 0.1, 0.05, 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液,进样后绘制标准曲线,以试样浓度 (Y , $\mu\text{g/mL}$) 为纵坐标,以峰面积为横坐标,进行回归,结果见表 1。

2 实验结果

* 收稿日期: 2001-02-26

基金项目: 国家“九·五”攻关项目 (96-903-02-02)

作者简介: 薛 健 (1964-),女,副研究员,主要从事药物成分分析及质量标准研究工作。

2.1 加样回收率计算:称取 10号样品 9份分别加入一定量标准溶液,3个添加水平每个水平 3份样品,按 1.2项下操作进行测定,计算回收率,结果如表 2

表 1 9种农药的标准曲线

农药	回归方程	相关系数
α-BHC	$Y = 5.336 \times 10^{-6}X - 0.010$	0.999 8
β-BHC	$Y = 1.629 \times 10^{-5}X - 0.012$	0.999 5
γ-BHC	$Y = 5.611 \times 10^{-6}X - 0.011$	0.999 6
PCNB	$Y = 2.439 \times 10^{-6}X - 0.001$	0.999 3
δ-BHC	$Y = 5.348 \times 10^{-6}X - 0.011$	0.999 9
PP-DDE	$Y = 5.424 \times 10^{-6}X - 0.002$	0.999 6
PP-DDD	$Y = 5.996 \times 10^{-6}X - 0.017$	0.999 7
OP-DDT	$Y = 5.250 \times 10^{-6}X - 0.001$	0.999 1
PP-DDT	$Y = 6.285 \times 10^{-6}X - 0.002$	0.999 5

表 2 回收率测定

农药名称	回收率 (%)		
	添加 0.5 μg/g	添加 0.1 μg/g	添加 0.01 μg/g
α-BHC	94.1	94.4	95.2
β-BHC	79.3	85.7	93.9
γ-BHC	88.3	103.1	91.2
PCNB	94.0	84.7	80.9
δ-BHC	78.0	87.6	92.3
PP-DDE	99.4	82.6	101.9
PP-DDD	86.9	95.8	77.4
OP-DDT	86.6	90.9	84.6
PP-DDT	98.3	99.7	91.4

2.2 精密度的重现性实验

2.2.1 精密度的试验:取 2号样品同时称 6份,按上

述方法进行测定,α-BHC β-BHC γ-BHC PCNB δ-BHC PP-DDE PP-DDD OP-DDT PP-DDT 测定结果的 RSD (%)分别为 1.7, 8.4, 6.6, 9.6, 3.9, 3.0, 1.3, 2.2, 3.2

2.2.2 重现性测定:取 10号样品测定结果后,2个月重新测定,2次测定结果比较 α-BHC β-BHC γ-BHC PCNB δ-BHC PP-DDE PP-DDD OP-DDT PP-DDT 测定结果的 RSD (%)分别为 4.8, 14.1, 2.8, 3.1, 6.9, 19.5, 9.0, 3.0, 1.5

2.3 仪器灵敏度的测定:配制一系列低浓度溶液进样,测得 α-BHC β-BHC γ-BHC PCNB δ-BHC PP-DDE PP-DDD OP-DDT PP-DDT 最低检测量 (g)分别为 5.5×10^{-13} , 1.5×10^{-12} , 5.4×10^{-13} , 9.6×10^{-13} , 4.7×10^{-13} , 1.07×10^{-12} , 1.23×10^{-12} , 1.25×10^{-12} , 1.25×10^{-12} 。

2.4 方法最低检出浓度的测定:在本试验中农药 α-BHC β-BHC γ-BHC PCNB δ-BHC PP-DDE PP-DDD OP-DDT PP-DDT 最低检测浓度 (ng/g)分别为 0.68, 1.8, 0.67, 1.2, 0.58, 1.3, 1.5, 1.5, 1.5

2.5 样品测定:准确称取各地采集的样品(粉碎混匀),按 1.2项下操作测定,2次重复,用 0.01 μg/mL 标准溶液做随行标准,计算样品中农药残留量,结果见表 3

表 3 瓜蒌样品测定结果

样品	样品中含量 (ng/g)										
	α-BHC	β-BHC	γ-BHC	δ-BHC	总 BHC	PP-DDE	PP-DDD	OP-DDT	PP-DDT	总 DDT	PCNB
1	2.64	2.70	3.46	1.01	9.81	16.57	1.75	11.90	19.12	49.34	3.18
2	1.55	5.94	1.49	1.06	9.04	15.39	1.21	22.36	6.32	45.28	2.11
3	2.53	3.64	1.76	0.71	8.64	3.15	0.84	9.51	4.32	17.82	2.45
4	0.79	1.17	0.81	0.38	3.15	0.65	-	1.83	0.85	3.33	0.39
5	1.34	3.64	1.26	0.97	7.15	7.59	0.91	7.56	2.52	18.58	2.00
6	1.04	4.04	1.12	0.75	6.95	10.43	1.02	16.08	4.25	31.78	1.79
7	3.34	5.69	3.14	2.10	11.44	18.77	1.19	18.05	8.86	46.84	4.91
8	0.98	2.99	0.82	0.49	5.28	1.31	1.05	1.40	0.89	4.65	2.58
9	-	7.96	1.76	2.20	11.92	1.85	-	2.01	1.92	5.78	1.47
10	0.36	2.84	0.68	1.05	4.93	4.42	-	7.65	5.90	22.90	-

3 讨论

根据以上的实验结果可以看出,本方法的加样回收率、精密度及相对标准偏差都符合农药残留分析要求^[1]。检测的 10个样品中 BHC和 DDT残留量均低于相关的标准限量^[2]。中药中农药的污染现已被高度重视,但相应的限量标准仍未制订,这需要更

多的工作。

参考文献:

[1] 樊德方. 农药残留量分析与检测 [M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1982.
 [2] 国家技术监督局. 人参加工产品分类标准 [S]. GB/T 155171-1995.