

前处理方法对节瓜中嘧菌酯回收率的影响

韦文芳, 唐千淄, 梁春红, 吴雪莲, 劳良

(广西壮族自治区防城港市农产品质量安全检测中心, 广西 防城港 538001)

摘要: 比较了6种不同前处理方法对瓜果中嘧菌酯回收率的影响。结果表明, 采用乙酸乙酯-环己烷(体积比1:1)提取, 用乙酸乙酯定容, 用C₁₈、PSA、无水硫酸镁混合物净化后, 用气相色谱仪(带ECD检测器)测定, 方法操作简便、快捷、定量准确, 节瓜中嘧菌酯的回收率达95%~110%。

关键词: 蔬菜; 水果; 嘧菌酯; 回收率

中图分类号: S482 **文献标识码:** A

文章编号: 1001-1463(2016)02-0001-03

[doi: 10.3969/j.issn.1001-1463.2016.02.001](https://doi.org/10.3969/j.issn.1001-1463.2016.02.001)

嘧菌酯{(E)-[2-[6-(2-氰基苯氧基)嘧啶-4-基氧]苯基]-3-甲氧基丙烯酸甲酯, Azoxystrobin}是一种新型、高效、广谱、内吸性杀菌剂, 它对几乎所有真菌病害, 如白粉病、锈病及霜霉病等均有良好的活性。近年来, 该农药已广泛应用于谷物、果蔬等作物的病害防治与储藏保鲜。各国对嘧菌酯的残留限量作出严格的规定, 将可能成为新一轮的农产品进出口贸易壁垒。因此, 研究该农药的残留检测方法具有重要的意义。

国内外有关嘧菌酯的研究方法不多, Chis-tensen用凝胶渗透色谱(GPC)法净化论证了葡萄、小麦和苹果中嘧菌酯残留的测定方法。也有采用基体固相分散(MSPD)等方法净化的报道。为了获得更理想的回收率, 我们尝试用气相色谱法对节瓜中添加的嘧菌酯进行回收测定, 以探索更理想的提纯、净化方法。

1 材料与方法

1.1 试验仪器材料

岛津GC-2010pluc气相色谱仪/ECD检测器, 自动进样系统, 电子天平, 匀浆机, 水浴恒温振荡器、高速离心机。嘧菌酯农药标准品(农业部环境保护所有证标准物质); 乙腈、丙酮、正己烷、环己烷、乙酸乙酯均为色谱纯; 氯化钠(分析纯)用前140℃灼烧4h, 无水硫酸镁(分析纯)用前650℃灼烧4h, 贮于密封干燥器中备用; C₁₈、PSA为德国进口产品。供试样品为市售节瓜。

1.2 样品前处理

试验设置了6种不同的前处理方法, 3个水

平, 3次平行。

称取25g试样于100mL离心管中, 加入50mL提取液, 高速匀浆2min; 加入5g氯化钠, 继续高速匀浆1min。放入高速离心机中以12000r/min的转速离心3min, 使分层。移取10.00mL上层溶液到50mL小烧杯中, 放到80℃水浴中蒸发近干; 加入2mL溶解剂, 盖上铝箔, 净化待用。净化定容(用溶解剂)至5mL后, 分别移入2个2mL样品瓶中, 待测^[1-2]。

通过改变不同的提取液、溶解剂及净化条件, 达到较理想的回收效果。各方法见表1。

1.3 分析条件

色谱柱: RTX-1, 30m×0.25mm×0.25μm; 总流量40.4mL/min; 柱流量1.78mL/min; 尾吹流量3mL/min; 进样方式为分流, 分流比20; 柱箱温度为180℃保持1min, 然后以6℃/min的速率升温, 升到270℃, 保持5min。汽化室温度230℃, 检测器温度300℃。

2 结果与分析

2.1 标准曲线

采用外标法进行测定。嘧菌酯用乙腈配制成不同质量分数的标准溶液, 在上述仪器条件下进行测定, 当进样质量分数在0.01~1.00mg/kg时二者呈良好线性关系, 线性系数0.9995。

2.2 最低检出限、准确度及精密度

以3倍信噪比(S/N)计算, 嘧菌酯在节瓜中的最低检出限(LOD)为0.005mg/kg, 满足各国对嘧菌酯的限量要求。在空白样品中, 添加高、中、

收稿日期: 2015-10-30

基金项目: 防城港市农产品质量安全检验检测中心建设项目(桂发改农经[2013]1128号)

作者简介: 韦文芳(1973—), 女, 广西防城港人, 高级农艺师, 硕士, 从事农产品质量安全检测与土壤肥料检测等工作。

表1 提取、溶解及净化方法

方法	提取液	溶解剂	净化方法
①	乙腈	丙酮	定容后,过 0.2 μm 滤膜过滤
②	乙腈	正己烷	将 SPE 柱依次用 5 ml 丙酮 + 正己烷(1:9)、5 mL 正己烷预淋洗,条件化,当溶剂到达柱吸附层表面时,立即倒入待净化液,用 15 mL 刻度离心管接收洗脱液,用 5 mL 丙酮 + 正己烷(体积比 1:9)冲洗烧杯后淋洗 SPE 柱,并重复一次。将离心管置于氮吹仪上,在水浴温度 50 ℃条件下,氮吹蒸发至小于 5 mL,待冷却至室温后定容
③	乙腈	环己烷	定容后,分别加入 50 mg C ₁₈ , 50 mg PSA, 150 mg 无水硫酸镁,放入高速离心机以 12 000 r/min 的转速离心 3 min 净化
④	乙酸乙酯-环己烷 (体积比1:1)	环己烷	
⑤	乙腈	正己烷-丙酮 (体积比7:3)	
⑥	乙酸乙酯-环己烷 (体积比1:1)	乙酸乙酯	

低 3 个质量分数水平的嘧菌酯标准溶液,每个水平平行测定 3 次。结果(表2)表明,方法①、⑤、⑥各个添加水平的平均回收率为 90%~120%,相对标准偏差为 0.06%~0.44%。方法②、③、④各个添加水平的平均回收率为 40%~70%,相对标准偏差为 0.10%~0.70%。对照各方法的回收率,方法①低水平添加值的回收率在良好范围内,方法⑤、⑥高、中、低水平的回收率均在优秀范围内。

表2 节瓜中嘧菌酯的测定结果

方法	添加水平 (mg/kg)	测定平均值 (mg/kg)	回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
①	0.04	0.047	117.5	0.31
	0.08	0.075	93.3	0.31
	0.12	0.110	91.7	0.26
②	0.04	0.028	70.0	0.38
	0.08	0.033	41.7	0.40
	0.12	0.055	46.1	0.38
③	0.04	0.022	55.0	0.10
	0.08	0.048	60.4	0.06
	0.12	0.064	53.6	0.67
④	0.04	0.026	65.0	0.25
	0.08	0.038	47.5	0.26
	0.12	0.060	49.7	0.35
⑤	0.04	0.044	110.0	0.07
	0.08	0.075	93.3	0.15
	0.12	0.114	95.0	0.44
⑥	0.04	0.043	107.5	0.10
	0.08	0.079	98.3	0.21
	0.12	0.115	96.1	0.06

从回收率结果来看,方法⑤、⑥较理想。

2.3 检测成本及试剂比较

方法①在前处理过程中使用滤膜过滤方法进行净化,方法⑤和方法⑥使用 50 mg C₁₈, 50 mg PSA, 150 mg 无水硫酸镁进行净化,3 种方法的检测试剂成本均在 20 元左右,几种方法检测成本无明显优势。但从试剂本身来分析,方法①和方法⑤要使用乙腈、丙酮、正己烷,丙酮是受限制购买的易制毒制品,购买前要到公安局备案,手续繁琐。很多化学试剂店由于丙酮储存、销售有严格要求,不愿意储存销售,且乙腈毒性较大,丙酮挥发性强,极易被人体吸入,对检测人员身心健康不利。而方法⑥使用的乙酸乙酯、环己烷为低毒,在一般的化学试剂店均可购买得到。所以从试剂本身的毒性及易获得性方面分析,方法⑥较理想。

2.4 验证结果

采用方法⑥的前处理方法,2 次参加了 2015 年广西农业厅组织的全区农产品检测实验室能力比对,2 次的嘧菌酯回收率分别为 98%和 101%,相对标准偏差在 1%以内,结果均被评定为优秀。与 SN/T1976-2007《进出口水果和蔬菜中嘧菌酯残留量检测方法 气相色谱法》比较,方法⑥的回收率为 98%,SN/T1976-2007 方法的回收率为 92%。方法⑥通过多种方法验证,结果可靠。

3 小结

研究表明,较理想的嘧菌酯前处理方法

临夏地区国槐有害生物种类及分布调查

朱惠英, 常承秀, 王新东, 张永强, 沈平, 田炜

(甘肃省临夏回族自治州森林病虫害防治检疫站, 甘肃 临夏 731100)

摘要: 2010—2013年, 在临夏市、临夏县、和政、康乐4县的国槐行道树及育苗基地设立30个调查、观测点, 采用线路踏查和标准地调查为主, 定点观察、室内饲养与复查、补查为辅的方式, 鉴定出国槐病虫害38种, 其中病害3种, 虫害33种, 其它有害生物2种。天敌昆虫26种。

关键词: 国槐; 病虫害种类; 分布; 调查; 临夏

中图分类号: S763 **文献标识码:** A

文章编号: 1001-1463(2016)02-0003-06

doi: 10.3969/j.issn.1001-1463.2016.02.002

国槐(*Sophora japonica* L.)属蝶形花亚科(Papilionaceae)槐属(*Sophora*), 是临夏州园林和城镇绿化美化的骨干树种, 也是重要的公路绿化树种。近年来, 随着临夏州国槐栽植面积的不断扩大, 国槐病虫害种类不断增多, 危害程度日益加剧, 治理问题日渐突出。为摸清临夏地区国槐有害生物发生种类及田间消长规律, 制定科学合理的综合防治措施, 我们于2010—2014年结合“国槐主要病虫害发生规律与防治技术试验示范”项目研究, 开展了国槐有害生物调查, 基本查清了国槐主要有害生物种类及天敌资源。

1 材料与方 法

1.1 调查时间和地点

2011—2014年, 在临夏市折桥、南龙、袍罕, 临夏县新集、韩集、尹集、莲花、土桥, 和政县城关、三合、三十里铺, 康乐县附城、虎关、八松等14个乡(镇), 设立调查点30个。

1.2 调查方法

采用以线路踏查和标准地调查为主, 定点监测、不定期调查和室内饲养观察为辅的调查方法,

在全州国槐栽植区开展全面普查。采集制作标本、拍摄图片, 详细记载各类调查表格。

1.3 病虫害种类鉴定

对野外调查的表格、采集制作的标本、拍摄的图片进行汇总整理, 依据具有分类价值的形态学特征, 参照有关文献资料和工具书进行种类鉴定^[1-6]。对疑难种送相关专家鉴定。

2 结果与分析

共调查鉴定出国槐有害生物38种, 其中病害3种, 虫害33种, 其它有害生物2种; 天敌昆虫26种。

2.1 病害

调查发现的国槐主要病害3种(表1)。

2.2 虫害

调查发现的国槐害虫有33种, 其中鳞翅目害虫4种, 鞘翅目害虫8种, 半翅目害虫12种, 同翅目8种; 直翅目害虫1种(表2)。

2.3 其它有害生物

调查发现的国槐其它有害生物有蜚蠊目1种, 兔形目1种(表3)。

收稿日期: 2015-09-22

基金项目: 甘肃省临夏州科技计划项目(2011-N-S-11)

作者简介: 朱惠英(1975—), 女, 甘肃临夏人, 林业高级工程师, 长期从事林业有害生物防治检疫工作。联系电话: (0)13519303819。E-mail: lyshchx@163.com

为: 用乙酸乙酯-环己烷(体积比1:1)提取, 定容后用50 mg C₁₈、50 mg PSA、150 mg 无水硫酸镁经高速离心机净化, 用气相色谱法进行检测, 方法操作简便, 回收率在95%~110%, 回收效果好。

参考文献:

[1] 中华人民共和国农业部. NY/T 761-2008 蔬菜和水果

中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定[S]. 北京: 农业出版社, 2008.

[2] 薄海波, 孙洁. 气相色谱法检测西兰花和荷兰豆中啉菌酯残留量[J]. 分析实验室, 2008(9): 30-32.

(本文责编: 张杨林)