

# 气相色谱法测定黄瓜和土壤中 肟菌酯残留量

李桂红, 李二虎, 张武, 赵瑞, 仇微, 程媛

(农业部农药质量监督检验测试中心(天津), 天津 300061)

## Determination of Trifloxystrobin Residue in Cucumber and Soil by Gas Chromatography

Li Guihong, Li Erhu, Zhang Wu, Zhao Rui, Qiu Wei, Cheng Yuan (Supervise and Test Center for Pesticide of Ministry of Agriculture (Tianjin), Tianjin 300061, China)

**Abstract:** A GC- $\mu$ ECD method was developed for the determination of trifloxystrobin residue in cucumber and soil. This method is found to be rapid, accurate and high sensitive for the determination of trifloxystrobin residue in cucumber and soil. The samples were extracted by  $\text{CH}_3\text{CN}$ , and then cleaned by solid phase extraction, and finally quantified by GC- $\mu$ ECD. The result showed the detection limit (LOD) for trifloxystrobin was 0.032mg/kg. The linear range was 0.026~0.421mg/L with correlation coefficient above 0.999 6. The mean recoveries were between 75.00% and 115.24%. The RSD was less than 8.70% (n=5).

**Key words:** trifloxystrobin; GC- $\mu$ ECD; cucumber; soil; residues

**摘要:** 建立气相色谱快速测定黄瓜和土壤中肟菌酯残留的分析方法, 该方法具有快速、准确、灵敏度高, 检测限低等特点。样品经乙腈提取, 固相萃取净化, 气相色谱电子捕获检测器定量法检测。结果表明, 该方法对肟菌酯在黄瓜和土壤中的最低检出限LOD为0.032mg/kg; 肟菌酯在0.026~0.421mg/L线性范围内, 相关系数为0.999 6; 肟菌酯在黄瓜中的回收率在92.02%~115.24%之间, 相对标准偏差<8.70% (n=5), 在土壤中的回收率在75.00%~84.76%之间, 相对标准偏差<4.58% (n=5)。

**关键词:** 肟菌酯; 气相色谱 (ECD); 黄瓜, 土壤; 残留

中图分类号: S482.2; O657.7<sup>1</sup>; S481<sup>1</sup>.8 文献标识码: A 文章编号: 1002-5480 (2015)11-40-03

肟菌酯类广谱杀菌剂是从天然产物Strobilurins作为杀菌剂先导化合物成功地开发的一类新的含氟杀菌剂。具有高效、广谱、保护、治疗、铲除、渗透、内吸活性、耐雨水冲刷、持效期长等特性。除对白粉病、叶斑病有特效外, 对锈病、霜霉病、立枯病、苹果黑腥病、油菜

菌核病有良好的活性。对作物安全, 因其在土壤, 水中可快速降解, 故对环境安全。肟菌酯主要用于茎叶处理, 保护活性优异, 且具有一定的治疗活性, 且活性不受环境影响, 应用最佳期为孢子萌发和发病初期阶段, 但对黑腥病各个时期均有活性。

收稿日期: 2015-06-01

作者简介: 李桂红, 女, 工程师, 主要从事农药残留分析工作。联系电话: 18622819615, 022-28450637; E-mail: liguihong0615@126.com。

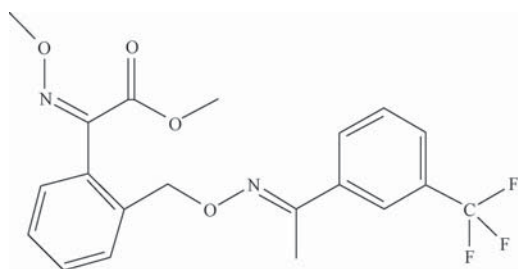


图1 胐菌酯结构式

## 1 实验方法

### 1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器 Agilent6890N气相色谱仪(ECD); 振荡器; 高速匀浆机 (IKA®-WERKE, T25basic); 水浴氮吹仪 (N-EVAP111, Organomation Associates, Inc.)。

1.1.2 试剂与材料 胐菌酯标准品: 96.3%; 丙酮 (HPLC级); 正己烷 (HPLC级); 正己烷、乙腈均为分析纯; 氟罗里硅土柱 (Cleanert Florisil-SPE; 1 000mg/6mL)。

1.1.3 标准工作液的配制 将胐菌酯标准品用丙酮 (HPLC级) 配制成328.77mg/L储备液。使用时用正己烷 (HPLC级) 稀释, 系列浓度的标准工作溶液由胐菌酯标准储备溶液用正己烷 (HPLC级) 配制 (现用现配)。

1.1.4 气相色谱条件 检测器: 电子捕获检测器 (ECD);

色谱柱: DB-1柱 (30mm×0.25mm×0.25 $\mu$ m);

柱温: 150°(2min) $\xrightarrow{15^\circ/\text{min}}$ 250° $\xrightarrow{18^\circ/\text{min}}$ 280(18min);

检测器温度: 320°C;

进样口温度: 220°C;

进样量: 1.0 $\mu$ L;

载气: N<sub>2</sub> (99.999%);

载气流速1.0mL/min。

### 1.2 试验方法

1.2.1 样品提取 称取黄瓜样品25.00g置于250mL的广口瓶中, 加入50mL乙腈, 匀浆, 过滤于装有氯化钠的具塞量筒中, 振摇, 静置, 待分层, 量取10mL上清液氮吹, 用2mL正己烷

溶解, 待净化。

称取土壤样品25.00g置于250mL的三角瓶中, 加入50mL乙腈, 振荡3h, 过滤于装有氯化钠的具塞量筒中, 振摇, 静置, 待分层, 量取10mL上清液氮吹, 用2mL正己烷溶解, 待净化。

1.2.2 样品净化 净化用氟罗里硅土柱, 先用5mL正己烷+丙酮 (9:1, V/V) 的混合液溶解预淋柱子, 再用5mL正己烷预淋。用上述混合液10mL分2次洗涤, 收集全部淋洗液, 氮吹至干。正己烷准确定容至5mL, 待上机。

1.2.3 测定步骤 在1.1.4色谱工作条件下, 待仪器稳定后, 按标准溶液、样品溶液、标准溶液的顺序进行色谱分析。采用外标法对样品进行定量分析。

## 2 结果与讨论

2.1 洗脱液选择 本方法选用正己烷+丙酮 (9:1, V/V) 作为净化洗脱溶液。用2次5mL洗脱时回收率最佳, 且杂质影响不大。

2.2 分析方法的线性相关测定 在上述确定的色谱条件下, 胐菌酯标准样品谱图 (图2)。由胐菌酯标准贮备溶液用正己烷配制成0.026、0.053、0.105、0.210、0.421mg/L系列浓度的标准工作溶液, 将系列浓度分别进样1.0 $\mu$ L, 在气相色谱上测定峰面积, 每个浓度测得的峰面积与对应的标准溶液浓度绘制标准曲线。胐菌酯的浓度在0.026~0.421mg/L之间呈良好的线性关系, 线性方程分别为 $y=6\ 047.7x+28.58$ ,  $R^2=0.999\ 6$ , 最低检测限分别为0.032mg/kg。

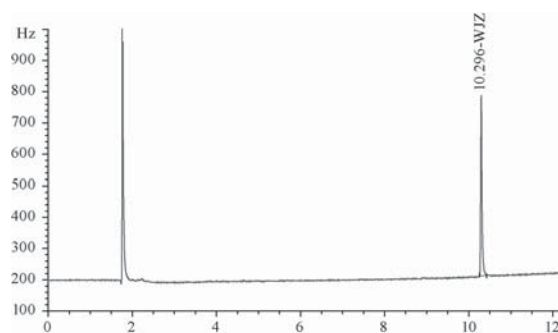


图2 标准样品色谱图

2.3 精密度、回收率试验 采用添加法,在样品中添加已知含量的标准品,在上述的色谱条件下进行测定,添加量在0.032~0.526mg/kg之间,测得脲菌酯在黄瓜中添加回收率在92.02%~

115.24%之间,在土壤中的添加回收率在75.00%~84.76%之间,样品添加色谱图(图3~6),具体数据(表1)。

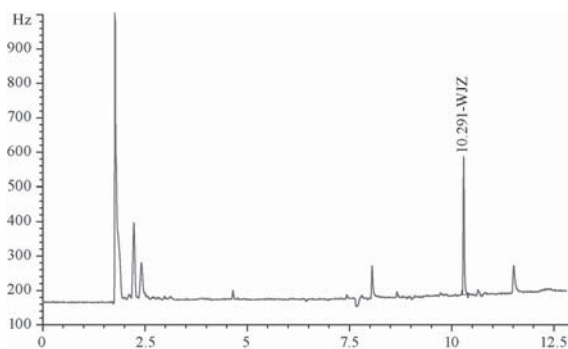


图3 黄瓜中脲菌酯添加回收色谱图

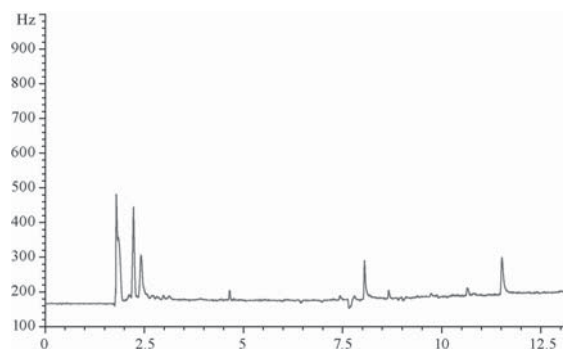


图4 黄瓜空白色谱图

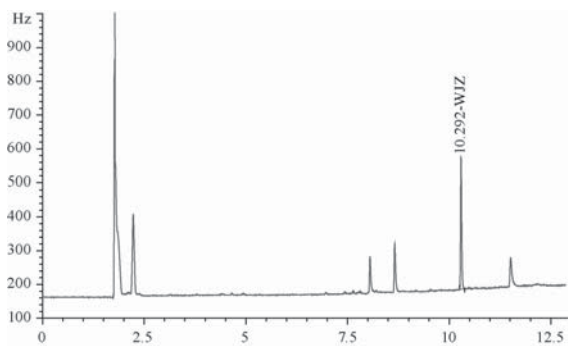


图5 土壤中脲菌酯添加回收色谱图

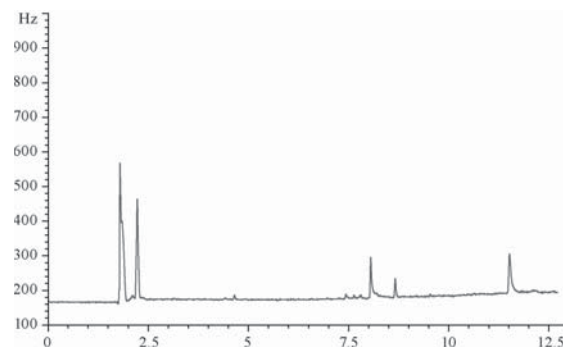


图6 土壤空白色谱图

表1 黄瓜和土壤中脲菌酯添加回收率 (n=5)

样品名称	添加量 (mg/kg)	回收率 (%)					平均 回收率 (%)	变异系数RSD (%)
		1	2	3	4	5		
黄瓜	0.032	93.75	96.88	100.00	112.50	100.00	100.63	7.08
	0.105	100.95	105.71	115.24	114.29	110.48	109.33	5.49
	0.526	110.65	105.32	92.02	113.31	96.96	103.65	8.70
土壤	0.032	75.00	75.00	78.13	75.00	78.13	76.25	2.24
	0.105	75.24	80.00	82.86	82.86	84.76	81.14	4.58
	0.526	75.67	77.95	75.10	79.28	75.48	76.69	2.38

### 3 结论

本文选用气相色谱快速测定黄瓜和土壤中

的脲菌酯,用固相萃取柱净化后进行分析,方法简便、快速。

(下转第50页)