

· 论 著 ·

蜂花粉中农药残留量的测定

浙江医学研究院药物研究所 毛丽珍 江月仙 刘良初

提要 本文介绍了用气相色谱法测定蜂花粉中的六六六和DDT, 用冷原子荧光测汞仪测定汞。通过五批样品的初步测试, 其量均微。

蜂花粉 (Bee Pollen) 系经蜜蜂采集的植物花粉, 富有增进人体生命机能所需的各种物质, 如: 蛋白质、氨基酸、碳水化合物以及维生素和某些生物活性成分, 为高营养的滋补强壮剂, 并对多种疾病有治疗作用^[1-2]。但花粉中农药残留量的测定尚未见国内外报导, 本文对六六六、DDT^[3] 和汞^[4] 进行初步测试, 结果如下。

样品: 本实验所用花粉由兰溪云山制药厂提供 (其中批号830327是浙江兰溪产, 其余四批均为四川产)。

试剂、药品: 均采用分析纯 (除注明者外)。

蒸馏和回流装置: 全玻璃系统。

一、六六六、DDT的测定

(一) 试剂和药品的预处理

为除去所用试剂和药品中可能含有对六六六、DDT测定的干扰元素, 必须进行预处理。

1. Al_2O_3 : 取层析用中性 Al_2O_3 (100—200目) 在 $650^\circ C$ 活化 2 小时。

2. 石油醚: 取石油醚 (沸程为 $60-90^\circ C$) 100 毫升, 加入氢氧化钠 4 克, 水浴回流 2 小时, 蒸馏收集沸程 $65-75^\circ C$, 过 Al_2O_3 (经上述处理) 柱即得。

3. 丙酮: 蒸馏取其中间 75% 体积 (弃前 10% 和后 15%), 然后过 Al_2O_3 (经上述处理)

柱即得。

4. 水: 取蒸馏水用上述处理过的石油醚按 (10:1) 振摇二次即可。

5. 无水硫酸钠: 于 $650^\circ C$ 灼灼 4 小时。

6. 滤纸、脱脂棉和棉线: 置索氏提取器用处理过的石油醚回流 2 小时, 晾干备用。

(二) 样品的预处理和测定

1. 提取: 称取过 40 目筛样品粉末 20 克置 250 毫升索氏提取器中, 加入石油醚—丙酮 (1:1) 混合溶剂 100 毫升, 浸过夜, 水浴 ($85^\circ C$ 左右) 回流 6 个小时。冷后将提取液倾入 250 毫升分液漏斗中, 每次用 2% 硫酸钠溶液 ($40^\circ C$) 100 毫升洗 3 次, 弃去下层水溶液, 上层石油醚供纯化用。

2. 纯化: 向盛有石油醚层提取液的分液漏斗中加入浓硫酸 10 毫升, 振摇, 静置分层后弃去下部硫酸层。用硫酸纯化的次数视提取液中杂质多少而定, 直至硫酸层为无色。石油醚层再用 2% 硫酸钠溶液 ($40^\circ C$) 60 毫升洗涤, 直至水层为中性, 弃去水层。石油醚层加入少量固体无水硫酸钠并过无水硫酸钠柱脱水, 用 100 毫升容量瓶收集, 加石油醚至刻度, 供色谱测定用。

3. 测定: 用瑞典 P. E. 公司 3920B 气相色谱仪按六六六、DDT 八种异构体的色谱条件测定。

(三) 测定结果

表 1

测定项目	测定结果 (ppm)				
	批 号		号		
	830327	830628	830702	830705	830707
α -666	0.0763	0.1190	0.1907	0.1388	0.1712
γ -666	0.0159	0.0326	0.0599	0.0416	0.0532
β -666	0.0086	0.0254	0.0180	0.0146	0.0158
δ -666	0.0035	0.0060	0.0216	0.0150	0.0140
666 总 量	0.1043	0.1830	0.2902	0.2097	0.2542
PP'-DDE	0.0099	0.0119	0.0038	0.0044	0.0078
OP'-DDT	0.0263	0.0087	0.0138	0.0064	0.0022
PP'-DDD	0.0043	0.0025	0.0018	0.0014	0
PP'-DDT	0.0500	0.0384	0.0209	0.0044	0.0190
DDT 总 量	0.0905	0.0556	0.0403	0.0166	0.0290
666 和 DDT 总 量	0.1948	0.2386	0.3305	0.2263	0.2832

二、汞的测定

(一) 样品的消化和测定

精密称取过40目筛样品粉末50毫克，置10毫升的具塞刻度试管中，加入浓硝酸(分析超纯)0.3毫升和浓硫酸(优级纯)0.4毫升，摇匀，放置过夜后于水浴锅中在80—90℃下消化分解6个小时。冷却后加入5%高锰酸钾溶液2毫升，再放置过夜，然后用10%盐酸羟胺溶液褪色，并加入10%氨磺酸肼溶液3滴，猛烈摇动，以便分解除去亚硝酸，并用去离子水稀释至10毫升，摇匀后用YYG-2型冷原子荧光测汞仪进行测定。

(二) 测定结果

表 2

批 号	830327	830628	830702	830705	830707
测定结果 (ppb)	31.15	1.22	1.88	1.09	0.40

三、小 结

1. 从表1可以看出，产地和批号不同，六六六和DDT的量有所差别。就五批样品测定结果，含六六六和DDT总量(以下简称

“总量”)最高的一只为0.33ppm。参照1982年国家《食品卫生标准》粮食中允许量标准是六六六为0.3ppm，DDT为0.2ppm，“总量”为0.5ppm。粮食用量比本品多得多，粮食每天以一斤计算，含“总量”为250微克，而本品每天最大剂量为9克，则含“总量”仅4.5微克，两者相差55倍。

2. 从表2可以看出，产地不同，结果差异较大。由五个批号测定结果，除一个批号(830327)较高外，其余四批均极低。就最高这一批号的含汞量也没有超过1982年国家《食品卫生标准》中肉、蛋、油(50ppb)和鱼(300ppb)的汞允许量标准。

3. 由于样品来源所限，本实验数据有一定的局限性，有待进一步深入。

本实验承浙江省卫生防疫站金学根同志和浙江兰溪云山制药厂应俊同志参加部份工作，特此致谢!

参 考 文 献

- [1] 孙子刚等：当代蜜蜂疗法(中译本)1980
- [2] 大本太一等：药学杂志(日)97,176(1977)
- [3] 环境监测标准分析方法(试行)132~134, 1980
- [4] 金学根：环境污染与防治3, 37~41(1983)