

# Fluorescence Detection of Pymetrozine Pesticide Residues in Apple Juice

Yuxing Chen<sup>1</sup>, Rendong Ji<sup>1,2\*</sup>, Shicai Ma<sup>1</sup>, Shuyan Xiao<sup>1</sup>, Jing Zou<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jiangsu Laboratory of Lake Environment Remote Sensing Technologies, Huaiyi Institute of Technology, Huai'an Jiangsu

<sup>2</sup>Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing Jiangsu  
Email: [jrdgxy@163.com](mailto:jrdgxy@163.com)

Received: Jul. 26<sup>th</sup>, 2018; accepted: Aug. 6<sup>th</sup>, 2018; published: Aug. 13<sup>th</sup>, 2018

---

## Abstract

The fluorescence spectrophotometer was used to detect the fluorescence spectrum of the mixed system of apple juice and pymetrozine. It was found that there was an obvious characteristic peak of the drug in 355 nm, and the fluorescence spectrum of different pesticide content in apple juice was obtained. Secondly, the fluorescence emission spectrum of the mixed system of juice and pesticide was regressed with the results being obtained. The prediction model function between the fluorescence intensity and the concentration of pesticides is analyzed. Finally, the relative standard deviation of the mixed system is calculated by the recovery rate to further verify the accuracy of the experiment. The results show that when 292 nm is used as the excitation wavelength, the pure apple juice is not at 355 nm. There were characteristic fluorescence peaks in apple juice with pymetrozine and strong fluorescence peaks in 355 nm. The prediction model function of pymetrozine in apple juice is  $y = -107.89188 \times \exp(-x/0.0018) + 112.26682$  with the correlation coefficient of the model function of pymetrozine in apple juice being 0.9994 and the recovery was in the range of 90% - 105%. The average recovery was 96.5% and the relative standard deviation was 3.18%.

## Keywords

Apple Juice, Pymetrozine, Fluorescence Spectrum, Pesticide Detection

---

# 苹果汁中吡蚜酮农药残留荧光检测研究

陈宇星<sup>1</sup>, 季仁东<sup>1,2\*</sup>, 马士才<sup>1</sup>, 肖淑妍<sup>1</sup>, 邹静<sup>1</sup>

<sup>1</sup>淮阴工学院, 江苏省湖泊环境遥感技术工程实验室, 江苏 淮安

<sup>2</sup>南京航空航天大学, 江苏 南京

Email: [jrdgxy@163.com](mailto:jrdgxy@163.com)

\*通讯作者。

## 摘要

本文利用LS55荧光分光光度计对苹果汁与吡蚜酮混合体系进行了荧光光谱检测，发现在355 nm处有明显的吡蚜酮药物特征峰，从而得到苹果汁中不同农药含量的荧光光谱图。其次对果汁-农药的混合体系的荧光发射谱进行回归分析建模，得出荧光强度与农药浓度之间的预测模型函数并对其进行分析。最后通过回收率计算该混合体系的相对标准偏差来进一步验证实验的准确性。结果表明：当292 nm作为激发波长时，纯苹果汁在355 nm处没有特征荧光峰出现，而有吡蚜酮的苹果汁在355 nm处有很强的荧光特征峰。苹果汁中吡蚜酮预测模型函数为 $y = -107.89188 \times \exp(-x/0.0018) + 112.26682$ ，其相关系数是0.9994，农药含量与荧光强度的模型函数回收率在90%~105%范围内，平均回收率为96.5%，相对标准偏差为3.18%。

## 关键词

苹果汁，吡蚜酮，荧光光谱，农药检测

Copyright © 2018 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

吡蚜酮[1][2] (Pymetrozine)的分子式为C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N<sub>5</sub>O，属于吡啶类或三嗪酮类全新的非杀生性杀虫剂，它的外观是白色结晶粉末，其在光、热以及弱酸和弱碱条件下稳定。吡蚜酮对多种农作物的刺吸式的口器害虫(尤其是粉虱类害虫、蚜虫类害虫)表现出很好的防治效果(如木虱、棉蚜、萝卜蚜、苹果瘤蚜、叶蝉、稻飞虱、白粉虱及绿盲蝽等)，该种农药被广泛应用于蔬菜、小麦、水稻、棉花、果树等农作物。此外，吡蚜酮对害虫不仅有触杀作用，而且还具有内吸活性。它既可用于作叶面喷雾，也可用于土壤处理。其化学分子式如图1所示。

物质经过较短波长的光照后受到激发，在激发的过程中缓慢放出较长波长的光，这种放出的光就叫荧光[3]。如果以荧光的强度作为Y轴，以发出光的波X轴作图，则得出的这个函数曲线就是该物质的荧

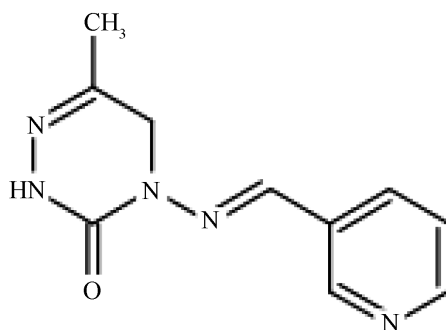


Figure 1. The chemical formula of pymetrozine

图1. 吡蚜酮化学分子式

光光谱图。通过荧光分光光度计的检测能获得物质的荧光光谱[4] [5] [6] [7]。荧光光谱包括激发谱和发射谱两种。激发谱是荧光物质在不同波长的激发光作用下测得的某一波长处的荧光强度的变化情况；发射谱则是某一固定波长的激发光作用下荧光强度在不同波长处的分布情况。当我们用高强度激光照射实验对象，它能够使吸收物质中相当数量的分子提升到激发量子态，极大地提高了荧光光谱的灵敏度。荧光分析[8] [9] [10] [11] [12]的特点灵敏度高，选择性强，能提供比较多的物理参数。

## 2. 实验

### 2.1. 仪器

测试仪器：LS55 荧光分光光度计，电子天平秤，取液器，滴管。

### 2.2. 材料

实验材料：纯度 100%苹果汁、吡蚜酮、纯净水。

## 3. 结果与讨论

### 3.1. 荧光光谱检测的实验方法

首先配置检测的样品溶液，提取溶液放于全透的石英比色皿中，其次确定该样品最佳激发波长，发射波长的扫描范围为 200~600 nm，狭缝宽度 5.0 nm，扫描速度 500 nm/min，最后用 LS55 荧光分光光度计检测样品的荧光光谱图。

### 3.2. 苹果汁中吡蚜酮荧光光谱检测

称取 0.01 g 吡蚜酮农药溶解在苹果汁中，则该混合体系的浓度为 0.05 mg/ml。用取液器取 3.6 ml 的原液放入荧光比色皿，检测果汁 - 农药混合样品的荧光光谱，确定激发波长为 292 nm，对样品进行自动扫描。按照一定比例稀释样品，得到 0.00322 mg/ml, 0.00233 mg/ml, 0.00168 mg/ml, 0.00121 mg/ml, 0.00088 mg/ml, 0.00063 mg/ml, 0.00046 mg/ml, 0.00033 mg/ml, 0.00024 mg/ml 共计 12 组数据。选择 0.00446 mg/ml, 0.00322 mg/ml, 0.002326 mg/ml, 0.00168 mg/ml, 0.00121 mg/ml, 0.000876 mg/ml 六组数据建立模型并得到其特征峰，结果如图 2 所示，图中箭头指向从 1 到 7 表示农药浓度依次为：0, 0.00088 mg/ml, 0.00121 mg/ml, 0.00168 mg/ml, 0.00233 mg/ml, 0.00322 mg/ml, 0.00446 mg/ml。从图 2 可以看出，用 292 nm 激发时，在波长为 355 nm 处，苹果汁没有荧光峰出现，而吡蚜酮与苹果汁混合体系的荧光特征峰在 354~360 nm 范围内，吡蚜酮主特征波长 355 nm，随着吡蚜酮溶液浓度的增加，荧光强度逐步升高，即在一定的浓度范围内，吡蚜酮浓度越高，荧光强度越强。

### 3.3. 苹果汁中吡蚜酮含量与荧光峰强度相关性

为进一步研究苹果汁中荧光强度与农药含量之间的函数关系，选实验中农药浓度在 0.00088, 0.00121, 0.00168, 0.00233, 0.00322 mg/ml 以及对应 355 nm 波长处荧光强度值。对荧光强度和农药含量进行函数拟合，结果如图 3 所示，得出其农药含量与荧光强度的模型函数为  $y = -107.89188 \times \exp(-x/0.0018) + 112.26682$ 。由工作曲线及其相应模型函数可以看出，荧光强度和吡蚜酮含量之间基本呈指数函数，相关系数 0.9994。为验证此函数的准确性，在同等实验条件下分别取浓度为 0.00412、0.00074、0.00046、0.00033、0.00024 mg/ml，根据所得模型函数  $y = -107.89188 \times \exp(-x/0.0018) + 112.26682$ ，把所测的浓度的荧光光谱在 355 nm 处的强度值代入模型函数，计算其浓度，得出回收率，具体结果如表 1 所示，可以看到回收率在 90%~105%范围内，平均回收率为 96.5%，相对标准偏差为 3.18%。

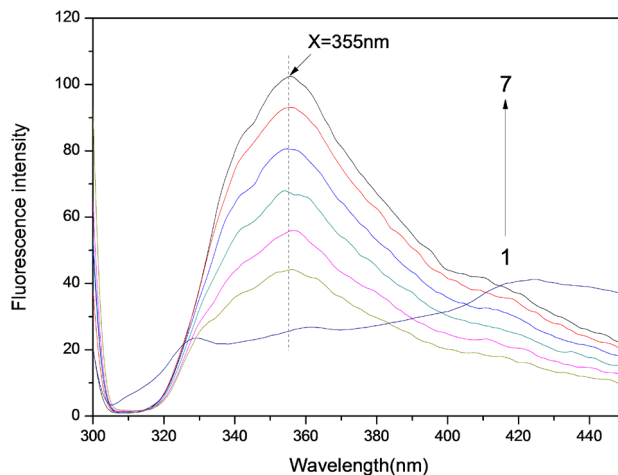


Figure 2. Fluorescence spectra of mixed solution of apple juice and pymetrozine

图 2. 苹果汁与吡蚜酮混合溶液的荧光光谱

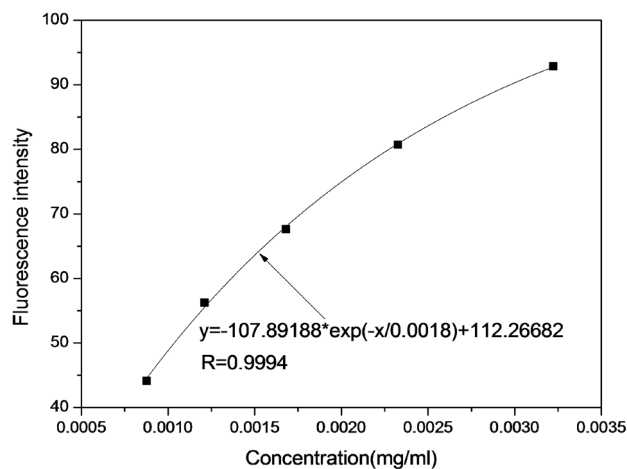


Figure 3. The relationship between fluorescence intensity and pymetrozine concentration at 355 nm

图 3. 355 nm 处荧光强度与吡蚜酮浓度之间关系曲线

Table 1. The recovery results corresponding to exponential function model using fluorescence spectroscopy

表 1. 应用荧光光谱指数模型的回收率

吡蚜酮实际浓度/(mg/ml)	指数模型预测浓度/(mg/ml)	指数模型回收率/(%)
0.00412	0.00391	94.9
0.00074	0.00075	101.4
0.00046	0.00042	93.3
0.00033	0.00032	97.0
0.00024	0.00023	95.8

#### 4. 结论

用荧光光谱技术能实现对苹果汁中吡蚜酮浓度的定量和定性检测，实验结果发现用 292 nm 激发时，吡蚜酮相对于苹果汁有非常明显的特征荧光峰。因此，可以利用荧光特征峰来检测分析苹果汁中吡蚜酮

农药的含量,得到苹果汁-吡蚜酮混合溶液的荧光光谱特性。实验结果显示:吡蚜酮的特征峰在 355 nm,并且随着吡蚜酮溶液的增加,荧光强度逐步升高。对 355 nm 波长处特征峰与吡蚜酮农药含量进行函数拟合,可发现荧光强度与吡蚜酮农药含量具有很好的指数函数关系,相关系数为 0.9994。经不同浓度的吡蚜酮溶液的实验数据验证,结果表明回收率在 90%~105%范围内,平均回收率为 96.5%,相对标准偏差为 3.18%。

研究表明,通过荧光光谱方法可以对苹果汁与吡蚜酮的混合体系直接进行农药残留检测。与其他检测方法相比,这种方法更具有可行性且快速有效。本次研究为实现苹果汁中残留吡蚜酮的定量和定性检测提供了一定的参考价值。

## 基金项目

江苏省高等学校自然科学研究重大项目(17KJA510001),淮阴工学院自然科学研究项目(16HGZ004),江苏高校境外研究计划资助,江苏高校“青蓝工程”资助。

## 参考文献

- [1] 徐巍. 药物与生物大分子相互作用的研究[D]: [硕士学位论文]. 济南: 山东大学, 2009.
- [2] 徐巍, 吴霞, 周海平, 刘潇彧, 杨景和, 范金勇, 张梅凤. 吡蚜酮与牛血清白蛋白的相互作用[J]. 高等学校化学学报, 2009, 30(11): 2175-2179.
- [3] 季仁东, 赵志敏, 张林, 季雷, 张吉华, 沈令斌, 兰秀凤. 苹果汁中吡虫啉农药残留荧光检测研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2013, 33(3): 668-671.
- [4] 王玉田, 李艳春, 崔立超. 基于荧光技术的啉虫啉农药检测仪的研究[J]. 应用光学, 2006(2): 159-162.
- [5] 孙俊, 周鑫, 毛罕平, 武小红, 杨宁, 张晓东. 基于荧光光谱的生菜农药残留检测[J]. 农业工程学报, 2016, 32(19): 302-307.
- [6] Wang, X.Z., Hou, T., Dong, S.S., Liu, X.J. and Li, F. (2016) Fluorescence Biosensing Strategy Based on Mercury Ion-Mediated DNA Conformational Switch and Nicking Enzyme-Assisted Cycling Amplification for Highly Sensitive Detection of Carbamate Pesticide. *Biosensors and Bioelectronics*, 77, 644-649. <https://doi.org/10.1016/j.bios.2015.10.034>
- [7] 季仁东, 赵志敏, 陈梦岚, 王乐新, 朱星玥. 百菌清残留检测及其与中药相互作用荧光光谱研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2015, 35(2): 415-419.
- [8] Peleato, N.M. and Andrews, R.C. (2015) Comparison of Three-Dimensional Fluorescence Analysis Methods for Predicting Formation of Trihalomethanes and Haloacetic Acids. *Journal of Environmental Sciences*, 27, 159-167. <https://doi.org/10.1016/j.jes.2014.04.014>
- [9] 高霞, 周凌云, 席景砖. 荧光分析法在环境有机污染物检测中的应用[J]. 光谱实验室, 2011, 28(4): 2008-2016.
- [10] Ji, R.D., Zhao, Z.M., Zhu, X.Y., et al. (2015) Determination of Abamectin Residues in Fruit Juice by Fluorescence Spectrum. *AgroFOOD Industry Hi-Tech*, 26, 8-11.
- [11] 王忠东, 王玉田. 氨基甲酸酯类农药荧光分析研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2005(10): 111-113.
- [12] Azhar, A., Makihara, D., Naito, H. and Ehara, H. (2018) Evaluating Sago Palm (*Metroxylon sagu* Rottb.) Photosynthetic Performance in Waterlogged Conditions: Utilizing Pulse-Amplitude-Modulated (PAM) Fluorometry as a Waterlogging Stress Indicator. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences*. <https://doi.org/10.1016/j.jssas.2018.05.004>

**知网检索的两种方式：**

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>  
下拉列表框选择：[ISSN]，输入期刊 ISSN：2164-5507，即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>  
左侧“国际文献总库”进入，输入文章标题，即可查询

投稿请点击：<http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱：[hjas@hanspub.org](mailto:hjas@hanspub.org)