

4 结论

1) 应用 GPC-GCMS 系统, 完成了菠菜、大米和苹果的添加回收实验, 在添加的 97 种农药 (100ppb) 中, 分别有 88 种、73 种和 83 种农药的回收率在 70% 到 120% 之间, 结果良好。

2) 因使用 2mm 内径的 GPC 微型柱, 溶剂消耗量可减少至过去方法的二百分之一。不仅节省了溶剂, 还降低了对环境的影响。

3) 采用 GPC-GCMS 系统, 可快速分析食品中的多

种农药残留, 从样品前处理、GPC 净化、浓缩到 GCMS 分析的过程, 仅用 90 分钟便可完成,

4) 由于 GPC 对样品的净化作用, 采用同样的前处理方法, 可进一步去除杂质, 得到优于 GCMS 的结果。

参考文献

1. Nobuya Kobayashi, Hiromi Arimoto and Yuzuru Nishikawa. J. Microcolumn Separations, 2000,12(9):501-507
2. Michelangelo Anastasiadas, Steven J. Lehotay. Journal of AOAC International 2003,186,412-431

气相色谱法测定牛初乳中甲胺磷、马拉硫磷、倍硫磷的残留

孙涛 周晓龙 王建梅

(新疆农科院中心实验室 乌鲁木齐 830000)

E-mail: suntao_txy@sina.com

摘要 用气相色谱法测定牛初乳中甲胺磷、马拉硫磷、和倍硫磷的残留量。对三种有机磷农药做二种不同浓度 0.01、0.05mg/kg 添加回收实验。结果表明: 平均回收率甲胺磷为 89.3%、108.7%, 相对标准偏差不高于 8.3%; 马拉硫磷为 80.5%、110.8%, 相对标准偏差不高于 7.8%; 倍硫磷为 94.5%、106.3%, 相对标准偏差不高于 7.6%。最小检测浓度为甲胺磷 1.2×10^{-3} mg/kg, 马拉硫磷 3.1×10^{-3} mg/kg, 倍硫磷 2.1×10^{-3} mg/kg。

关键词 气相色谱; 牛初乳; 甲胺磷; 马拉硫磷; 倍硫磷

中图分类号 0657.7*1

Determination of Methamidophos, Malathion, Fenthion Residues in Beestings by GC

Sun Tao, Zhou Xiaolong, Wang Jianmei

(Analytical Center of XinJiang Academy of Agricultural Science, Urumqi 830000, China)

Abstract Determination of methamidophos, malathion, fenthion residues in beestings by gas chromatography. To do recovery experiment with methamidophos, malathion, fenthion 0.1, 0.5mg/kg, the results indicate that the average recoveries for methamidophos were 89.3%, 108.7%, for malathion were 80.5%, 110.8%, for fenthion were 94.5%, 106.3%. the relative stand deviations (n=3) were all within 8.3%, the limits of quantitation in the samples were 1.2×10^{-3} mg/kg, 3.1×10^{-3} mg/kg, 2.1×10^{-3} mg/kg.

Key words Gas chromatography; beestings; methamidophos; malathion; fenthion

1 引言

牛初乳是一种能增强人体免疫力, 促进组织生长的健康功能性食品, 于 2000 年被美国食品科技协会 (IFT) 列为 21 世纪最佳发展前景的非草药类天然健康食品。作为牛初乳产品及其产品加工的原料, 牛初乳的“安全”也逐渐受到普遍关注。牛乳中农药残留限量不仅对艾试剂、狄试剂、氯丹等有机氯类农药做出规定, 对部分有机磷类农药残留最高残留限量做出了相应规定。针对近

年来有机磷类农药的大量施用和目前食品安全的要求, NY 5045-2001 对生鲜牛乳中甲胺磷、马拉硫磷、和倍硫磷的最高残留限量做出相应规定, 本文对牛初乳中甲胺磷、马拉硫磷、倍硫磷残留的检测方法进行了研究。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

Trace GC 2000 气相色谱仪 (美国菲尼根公司); RE-

收稿日期: 2005-08-17

作者简介: 孙涛 (1978-), 主要从事农药残留检测工作。

120 旋转蒸发器(上海医用仪表厂); ZD3 型振荡机(湖北襄樊激光设备厂)。

丙酮,二氯甲烷,乙酸乙酯,环己烷均为分析纯试剂,重蒸馏处理;玻璃棉(重蒸丙酮浸泡回流4小时);氯化钠(120 烘,过夜);无水硫酸钠 650 灼烧4小时,密封于瓶中备用)。弗罗里硅土(130 ,16小时)。

甲胺磷,马拉硫磷,倍硫磷标准溶液(100mg/L),由农业部环境监测总站提供。

标准溶液:用丙酮将100 mg/L标液配成质量浓度为10 mg/L的标准储备液。根据需要用丙酮配制适当浓度的标准工作液。

2.2 色谱条件

检测器:火焰光度检测器(FPD);色谱柱:0V-17 石英毛细管柱(30m × 0.32mm × 0.25 μ m);色谱柱温度:110 (1min)40 /min 220 1 /min 222 (3min);进样口温度:230 ;检测器温度:250 ;载气:氮气(高纯氮),3.0mL/min;空气流量:115mL/min;氢气流量:90mL/min;尾吹气:氮气,15mL/min;进样量:1μL。峰面积外标法定量。按上述色谱条件,甲胺磷,马拉硫磷,倍硫磷保留时间依次为3.29 ,7.84 ,8.56min。标准色谱图见图1。

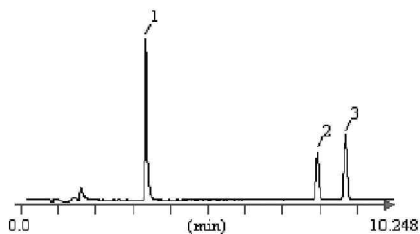


图 1

2.3 测定步骤

称取牛初乳样品20g(精确到0.001g)于250 mL具塞三角瓶中,加水5 mL,加40 mL丙酮,置于振荡器上振摇30min,加氯化钠6 g,充分摇匀,再加30mL二氯甲烷,置于振荡器上振摇30min。取35mL上清液,经筒型砂芯漏斗(由下至上3cm玻璃棉+3cm弗罗里硅土+5cm无水硫酸钠)过滤于旋转蒸发瓶中,旋转浓缩至约1mL,加2mL乙酸乙酯-环己烷(1+1)溶液,浓缩。如此重复3次,最终浓缩至约1mL,以乙酸乙酯定容至1mL,留待GC-FPD测定。

3 结果与讨论

3.1 样品提取与净化条件的选择

牛初乳中蛋白质和脂肪含量较普通牛乳高,经典方

法采用凝胶柱^[1]或用弗罗里硅土和中性氧化铝两种吸附剂联合使用^[2],或用3g弗罗里硅土+1g无水硫酸钠填充净化柱,用丙酮或30%二氯甲烷-石油醚溶液洗脱滤液,提取牛初乳中残留农药。本文用丙酮、二氯甲烷混合液对牛初乳中残留农药充分浸提,上清液过筒型砂芯漏斗(3cm玻璃棉+3cm弗罗里硅土+5cm无水硫酸钠),用丙酮作淋洗液,洗脱效果好,洗脱完全,回收率达80.5%以上。

3.2 线性与检出限

取上述三种农药标准品配成0.05,0.1,0.5和1.0mg/L的混合标准液,用GC-FPD分析,以峰面积对质量浓度做线性回归,其线性良好。以三倍信噪比确定牛初乳样品的最小检出浓度:甲胺磷为 1.2×10^{-3} mg/kg,马拉硫磷为 3.1×10^{-3} mg/kg,倍硫磷为 2.1×10^{-3} mg/kg。

3.3 回收率和精密度

方法以牛初乳为研究对象,样品甲胺磷检出,含量1.5 μ g/kg。样品色谱图见图2。采用添加不同浓度混合标样进行回收实验,添加回收浓度为0.01、0.05mg/kg。甲胺磷平均回收率为89.3%、108.7%,相对标准偏差RSD(n=3)不高于8.3%;马拉硫磷平均回收率为80.5%、110.8%,相对标准偏差RSD(n=3)不高于7.8%;倍硫磷平均回收率为94.5%、106.3%,相对标准偏差RSD(n=3)不高于7.6%。

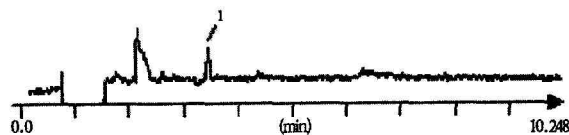


图 2

3.4 方法实用性

无公害生鲜牛乳标准NY 5045-2001对有机磷类农药最高残留限量(mg/kg):马拉硫磷 0.1,倍硫磷 0.01,甲胺磷 0.2,规定检测方法分别为GB/T 5009.36,GB/T 5009.20,GB/T 14876。本方法采用一种前处理过程,不仅节约了时间,降低了成本,而且方法的检出限均低于组分0.1MRL值,回收率及精密度符合分析要求。适用于牛初乳、牛乳中甲胺磷、马拉硫磷、倍硫磷的残留检测。

参考文献

- [1] GB/T 5009.161-2003
- [2] 万益群,陈燕清,占春瑞.毛细管气相色谱法测定芝麻中多种有机磷农药残留量[J].分析试验室,2004,23(7):10