

食品中甲基异柳磷残留量测定方法的研究

黄伟雄 邓 峰 高燕红

(广东省食品卫生监督检验所,广东 广州 510300)

甲基异柳磷是一种效力高、持效久、广谱、使用方便但毒性大的土壤杀虫剂,在农作物消灭害虫中得到了广泛的推广使用。为了更有效、更科学地使用甲基异柳磷杀虫剂,需要对其在农作物中的残留量进行监测,本文从试样提取方法、萃取试剂、色谱条件等方面进行了探讨。

1 材料与方法

1.1 原理 火焰光度检测器具有高灵敏度、高选择性,广泛应用于含硫、含磷等有机化合物的测定,试样经提取、净化后,用气相色谱火焰光度检测器检测。通过试样的峰高(面积)与标准品的峰高(面积)比较,计算试样的含量。

1.2 仪器和试剂 HP5890 型气相色谱仪 具火焰光度检测器(FPD),Hewlett Packard 公司。V-80 型电动振荡器,上海分析仪器厂。HR2839 型组织捣碎机,Philips 公司。03P-22 型离心机,Hitachi 公司。

乙酸乙酯、丙酮,重蒸。

无水硫酸钠。

活性炭 层析用 20~40 筛孔,称取 20 g 活性炭,用 3 mol/L 盐酸溶液浸泡过夜,抽滤后,用水洗至无氯离子,在 120℃ 烘干备用。

弗罗里硅土 于 620℃ 灼烧 4 h 后备用,用前 140℃ 烘 2 h,冷却后加 5% 水减活。

净化柱 改良酸式滴定管,由下至上加入少量脱脂棉、1 g 无水硫酸钠、0.7 g 活性炭、4 g 弗罗里硅土的混合物、1 g 无水硫酸钠,使用前,用 20 mL 乙酸乙酯淋洗柱子。

甲基异柳磷标准溶液的配制 准确称取甲基异柳磷标准品(纯度>97%),用丙酮配制成 0.1 mg/mL 的标准储备液。使用丙酮稀释配制成标准使用液(5 µg/mL)。

1.3 方法

1.3.1 试样制备 取蔬菜类试样洗净、晾干,去掉非可食部分后经组织捣碎匀浆制成试样。

取粮食、油料作物等试样经粉碎机粉碎,过 20 目筛制成试样。

1.3.2 提取 蔬菜(含甜菜、甘蔗)试样 称取 5 g 蔬菜试样,置于研钵中,加入 30~100 g 无水硫酸钠研磨脱水,转移至 250 mL 三角锥瓶中,加入 60 mL 乙酸乙酯(以没过试样为准),^[5]振荡提取 30 min,静置后,取上清液 30 mL,用氮气吹至约 3 mL。

粮食试样 称取约 10 g 粮食试样,置于 150 mL 三角锥瓶中,加入 40 mL 乙酸乙酯,振荡提取 30 min,将溶液转移至离心管中,离心 10 min (3000 r/min),取上清液 20 mL,用氮气吹至约 3 mL。

油料作物(如花生、大豆)试样 称取约 10 g 油料作物试样,置于 150 mL 三角锥瓶中,加入 50 mL 乙酸乙酯,振荡提取 30 min,将溶液转移至离心管中,离心 10 min (3000 r/min),取上清液 25 mL,用氮气吹至约 3 mL。

1.3.3 净化 将浓缩后约 3 mL 试样溶液,转移至柱上净化,用 30 mL 乙酸乙酯淋洗,收集淋洗液,用氮气吹至近干,用丙酮定容至 1 mL,进样。

1.3.4 气相色谱参考条件 玻璃柱 1 m×3 mm(内径),内装涂有 2% OV-17 固定液的 Chromosorb W (DMCS) 80~100 目;^[3]气体流速 氮气:30 mL/min;氢气:70 mL/min;空气:100 mL/min;温度 色谱柱:200℃;进样口、检测器:220℃。

1.3.4 测定 分别吸取 1 µL 标准样液和试样液注入气相色谱仪中,通过试样和标准峰高的比较,用外标法定量。

1.4 计算

$$X = \frac{H \times E_s \times V_2 \times V_3 \times 2}{H_s \times V_1 \times m}$$

式中: X ——试样中农药的含量,mg/kg;

E_s ——甲基异柳磷标准的含量,µg/mL;

V_1 ——试样进样体积,µL;

V_2 ——标准进样体积,µL;

V_3 ——最后定容体积,mL;

H ——试样农药峰高,mm;

H_s ——标准农药峰高,mm;

m ——试样质量,g。

2 结果

方法准确度 该方法的回收率试验结果见表 1,单个试样的回收率在 85 % ~ 110 % 之间;平均回收率 93.1 %;最低检出浓度:马铃薯 0.03 mg/kg;甘蔗 0.015 mg/kg。

精密度试验 对马铃薯、甘蔗试样进行 6 次重复测定,结果见表 2,相对标准偏差 < 5 % ,说明数据重复性好,符合分析测定的要求。

表 1 回收率试验 %

试样	添加水平 μg	平均回收率	RSD
马铃薯	1.0	92.4	7.5
	2.0	87.0	2.6
	4.0	95.7	4.7
甘 蔗	0.5	91.8	2.4
	2.0	96.2	4.6
	5.0	93.5	4.1

注:每个添加水平作 5 个平行样。

表 2 精密度试验 mg/kg

测定结果						平均值	RSD %	
马铃薯	0.426	0.431	0.428	0.435	0.438	0.427	0.431	2.39
甘 蔗	1.762	1.880	1.829	1.793	1.858	1.846	1.828	3.98

3 讨论

3.1 甲基异柳磷是一种新型土壤杀虫剂,效力高、杀虫谱广,但是残留期很长,对人畜的毒性大,属于高毒农药。施药后的农作物一定要超过安全期才能上市,所以,对其在农作物中的残留量进行监测,是非常必要的。

3.2 色谱柱的选择 通过对 2 % OV-17/Chromosorb W;^[3] 8 % E301/Gas chrom Q;^[2] 10 % DC-200/Gas chrom Q;^[4] HP-1 5 m \times 0.53 mm^[1] 四条色谱柱的试验,发现 2 % OV-17/Chromosorb W 柱的峰形最好、灵敏度最高,而且不受杂质峰干扰,故本测定方法选择该柱。

3.3 萃取溶剂的选择 目前,国内外的检测方法,萃取用的试剂,多采用毒性大的甲苯、乙腈等,本方法对试样提取所用溶剂改为毒性相对较小的乙酸乙酯,其提取效果与上述的溶剂相同,结果见表 3,平均回收率和变异系数均在分析要求范围之内。

表 3 萃取溶剂选择 %

溶剂名称	添加水平 μg	平均回收率	RSD
甲 苯	2.0	91.7	2.3
乙 腈	2.0	85.3	2.8
乙酸乙酯	2.0	87.0	2.6

注:每个添加水平作 5 个平行样,添加本底试样为马铃薯

参考文献:

[1] 王惠,等. 蒜苗中甲基异柳磷残留量的气相色谱分析[J]. 农药,1992,31(5):33—34.
[2] 司金城,等. 甲基异柳磷在花生仁中残留量的测定研究[J]. 农药,1990,29(2):28—39.
[3] 杨昌金. 气相色谱法测定马铃薯及甜菜中甲基异柳磷残留量[J]. 农药,1990,29(1):40.
[4] 丁积平. 气相色谱法测定甲基异柳磷在土壤及苹果中的残留量[J]. 农药,1985,6:35.
[5] Marilyn J. Brown, Ian H. Williams determination of residues of isofenphos and its phosphoramidate analogue[J]. Pestic Sci, 1976,7:545—548.

中图分类号:R15;O657.7⁺1 文献标识码:B 文章编号:1004 - 8456(2001)04 - 0019 - 02

新型食品添加剂(一)

儿茶素

将不能用于加工成品茶的废弃茶叶经热水浸泡后,可从中提取防止食品氧化变质的儿茶素,其效果明显优于现有的抗氧化剂。

豌豆蛋白

将豌豆蛋白添加剂添加到肉制品中,其成品蛋白和营养与纯肉制品相近,可降低人体脂肪中的胆固醇含量,适合高胆固醇患者食用。

(摘自《全国轻工信息》周刊)