

气相色谱法测定大米中马拉硫磷的残留

肖青¹, 陈树²

(1. 江西省科学院应化研究所, 江西 南昌 330029) (2. 江西省科学院能源研究所, 江西 南昌 330029)

摘要: 本文提出用毛细管气相色谱法来测定大米中马拉硫磷的残留。在选定的气相色谱前提下, 马拉硫磷的最低检出限为 0.004 mg/kg, 平均回收率为 97.2%; 在浓度 0.01 μg/mL~1.00 μg/mL, 线形相关系数为 0.998。结果显示该方法具有快速、简单、准确、灵敏度高的特点, 能够达到国标检测方法的要求。

关键词: 马拉硫磷; 毛细管气相色谱法; 残留

中图分类号: TS207.5; 文献标识码: A; 文章编号: 1673-9078(2007)12-0083-02

Determination of Malathion Residue in Rice by Gas Chromatography

XIAO Qing¹, CHEN Shu²

(1. Applied Chemistry Research Institute, Jiangxi Academy of Sciences, Nanchang 330029, China)

(2. Energy Research Institute, Jiangxi Academy of Sciences, Nanchang 330029, China)

Abstract: The determination of malathion residue in rice by capillary column gas chromatography was studied. The linearity is satisfactory with a correlation coefficient of 0.998 at concentrations ranging from 0.01 μg/mL to 1.00 μg/mL. The detection limit and average recovery of malathion were 0.004 mg/kg and 97.2%, respectively. This method was fast, simple and accurate, which could be applied for determination of malathion content in rice.

Key words: malathion; capillary column gas chromatography; residue

马拉硫磷的英文通用名 malathion, 即 0,0-二甲基-S-(1,2-二乙氧基羰基乙基)二硫代磷酸酯, 熔点 2.9~3.7 °C, 沸点 156 °C (1.43 kPa), 是一种高效低毒的有机磷杀虫剂, 具有良好的触杀和一定的熏蒸作用, 是常用的防治农业害虫的化学农药, 广泛应用于防治麦类、水稻等作物上的害虫, 也可用于防治仓库害虫。为保证食品安全, 国家标准规定马拉硫磷在大米中的最大残留限量为 ≤3 mg/kg。对于其在大米中的残留量分析, 已有国家标准方法, 但现行国标方法提供的是填充色谱柱的色谱条件。本文采用二氯甲烷作溶剂提取马拉硫磷, 气相色谱毛细管色谱柱分离, 火焰光度检测器检测, 外标法定量。该方法具有快速、简单、准确、灵敏度高的特点, 能够达到国标检测方法的要求。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

配有火焰光度检测器的气相色谱仪 (岛津 GC-2010) GC-Solution 色谱工作站, DB-1701 毛细管色谱柱 (30 m×0.32 mm×0.25 μm), 二氯甲烷 (分析纯), 中性氧化铝 (经 300 °C 活化 4 h), 马拉硫磷标准

收稿日期: 2007-10-19

作者简介: 肖青 (1969-), 女, 从事有机化学及分析化学方面工作

溶液 (农业部环境保护科研监测所研制, 浓度 100 μg/mL)。

1.2 气相色谱条件

DB-1701 毛细管色谱柱 (30 m×0.32 mm×0.25 μm), 进样口温度 250 °C, 检测器 (FPD) 温度 260 °C, 载气 N₂, 线速度 47.6 cm/sec, 吹扫流量 3.0 mL/min, H₂ 80 mL/min, 压缩空气 120 mL/min, 柱温 50 °C, 然后以 25 °C/min 升至 200 °C, 尔后以 5 °C/min 升到 250 °C, 无分流进样, 进样量 1 μL。图 1 为 1.0 μg/mL 马拉硫磷标准的气相色谱图。

2 结果与讨论

2.1 柱温的选择

由于马拉硫磷在大米中的残留量很低, 因此本法选择了无分流进样, 这样可以提高马拉硫磷的灵敏度。为了缩短分析时间, 本文采用程序升温, 柱箱起始温度采用低于二氯甲烷溶剂沸点, 因此本文确定程序升温起始温度为 50 °C, 再以 25 °C/min 速率升到 200 °C, 最后以 5 °C/min 速率升到 250 °C。

2.2 标准曲线的确定

取 1 mL 100 μg/mL 马拉硫磷标准溶液于 100 mL 丙酮中, 即得 1 μg/mL 马拉硫磷标准溶液, 分别取上

述溶液 0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、8.0 mL 于 10 mL 容量瓶中,得到马拉硫磷的标准使用液浓度分别为 0.01 μg/mL、0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.4 μg/mL、0.8 μg/mL。取各标准使用液 1 μL 分别注入气相色谱中,可测得各标准使用液的峰面积,以各峰面积与对应的标准使用液浓度进行线性回归,得到标准曲线为 $A=1.62 \times 10^6 C + 4.73 \times 10^4$ (A 为面积, C 为浓度 0.01 μg/mL~1.00 μg/mL), $r=0.998$ 。

2.3 精密度的测定

在选定的最佳色谱条件下,用相同浓度的马拉硫磷标准溶液进行重复测定 6 次,然后计算其 RSD 为 0.52%。

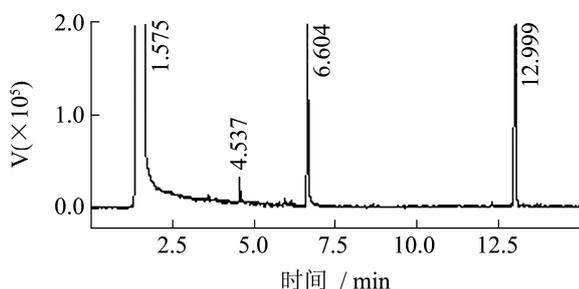


图1 1.0 μg/mL马拉硫磷标准的气相色谱图

2.4 回收率的测定

在空白样品中分别添加 0.1 mg/kg, 0.2 mg/kg, 0.4 mg/kg 三个水平的标准溶液,通过平均回收率来考察方法的准确度,得到的回收率分别为 99.2%、97.5%、

95.3%, 平均回收率为 97.2%。

2.5 最低检测限的测定

在选定的最佳色谱条件下,取马拉硫磷标准溶液逐步稀释进样,以 3 倍噪声计算,折算得马拉硫磷最低检出限为 0.004 mg/kg。

2.6 样品的测定

大米样品磨碎后过 20 目筛,混匀。称取 10.00 g 样品置于具塞锥形瓶中,加入 0.5 g 中性氧化铝及 20 mL 二氯甲烷,振荡 0.5 h,过滤,滤液直接进样。结果两个样品的马拉硫磷的残留量分别为 0.012 mg/kg 和 0.64 mg/kg。图 2 为 0.64 mg/kg 样品的气相色谱图。

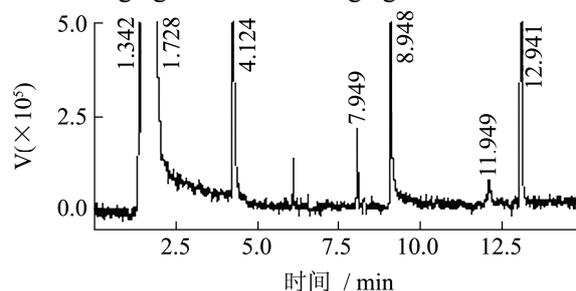


图2 样品的气相色谱图

参考文献

[1] GB/T 5009.20-2003 食品中有机磷农药残留量的测定
 [2] 王江蓉,等.粮食中马拉硫磷检测最佳色谱条件的探讨[J].现代食品科技,2007,23(4):75-78

(上接第 76 页)

89%~98.8%,符合分析要求。

表 2 HPLC 法测定唾液酸的回收率

Table 2 The recovery of the sialic acid determination by HPLC

加入量 (μg/mL)	回收量(μg/mL)	回收率/%	平均回收率/%
2.50	2.43	96.8	95.7
5.00	4.45	89.0	
12.5	12.36	98.8	
25.0	24.30	97.2	
30.0	28.68	95.6	
50.0	48.36	96.7	

3 讨论

唾液酸是一种碳水化合物,对于婴儿大脑发育、抵抗感染、促进消化系统的发育具有十分重要的作用,有关这方面的研究和报道甚少,还有待于进一步深入探讨。本试验初步研究了用高效液相色谱法测定乳中

唾液酸的含量,回收率在 89%~98.8%之间,符合分析要求,为今后进一步研究唾液酸与其它营养物质间量的关系、规律、利用率以及有价营养物质的提取、加工、开发利用提供了科学依据。

参考文献

[1] Bing Wang,Janette BM,Patricia McVeagh,*et al.*Concentration and distribution of sialic acid in human milk and infant formulas[J].American J Clin Nutrition,2001,74(4):510-515
 [2] 胡国昌,陈文锐,陈捷,等.燕窝及其制品的检测方法[J].食品科学,1996,17(11):47
 [3] 奚星林,黄华军,吴宏中,等.牛奶中唾液酸的测定[J].中国卫生检验杂志.2006.16(1):39-40
 [4] Muhsin Karim, Bing Wang. Is sialic acid in milk food for the brain?[J].Perspectives in Agriculture,Veterinary Science, Nutrition and Natural Resources.2006.(1):1-11