

气相色谱法测定鱼组织中的久效磷

杨丽莉, 季峰

(南京市环境监测中心站, 江苏 南京 210013)

摘要: 采用气相色谱法氮磷检测器测定鱼肉和内脏中的久效磷含量。鱼肉或内脏匀浆后, 用正己烷洗涤, 二氯甲烷提取, 以内标法定量分析, 方法简单, 灵敏, 准确。当取鱼组织 0.5 g 时, 方法检测限为 0.002 mg/kg, 加标回收率为 72.6%~83.3%, 相对标准差在 3.3%~7.0% 之间。

关键词: 气相色谱法; 久效磷; 鱼组织

中图分类号: O657.7

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2002)01-0034-02

To Determine Monocrotophos Level of Fish Tissue with GC

YANG Li li, Ji Feng

(Nanjing Environmental Monitoring Center, Nanjing, Jiangsu 210013, China)

Abstract: Monocrotophos level of fish muscle and viscera was determined with GC. Fish muscle and viscera was homogenated, washed by n-hexane, extracted by dichloromethane, quantitatively analyzed with internal standard method. This method was simple, sensitive and corrective. When the fish muscle was 0.5 g, detection limit was 0.002 mg/kg, sampling recovery rate was between 72.6%~83.3%, relative standard deviation was between 3%~7%.

Key words: GC; Monocrotophos; Fish tissue

久效磷为防治棉花、水稻等作物害虫的有机磷农药, 对鱼类和水生生物有毒。分析久效磷的方法有薄层色谱法和气相色谱法。前者影响测定的因素较多, 且不易掌握^[1]。今采用气相色谱法氮磷检测器测定鱼组织中的久效磷, 取得了较好的结果。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

HP 6890 气相色谱仪, 氮磷检测器; HP-1 石英毛细管柱 30 m × 0.53 mm × 2.65 μm; 久效磷标准品(江苏省农药研究所); 内标物 100 mg/L 甲胺磷标准溶液(农业部环境保护科研监测所)。

1.2 标准溶液

准确称取久效磷标准品, 以甲醇配成 0.44 g/L 标准储备液, 用时稀释成 1.76 mg/L 标准工作液; 内标物 20.0 mg/L 甲胺磷标准溶液。

1.3 色谱条件

柱温 150 °C(1 min) $\xrightarrow{20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 260 °C(3 min); 进样口温度 270 °C; 检测器 280 °C; 载气 N₂

(99.999%) 5 mL/min; H₂ 3.8 mL/min; 空气 80 mL/min; 尾吹 N₂ 22 mL/min; 分流比 10:1。

1.4 样品测定

取鱼肉(去鳞、骨)或鱼内脏, 称重, 匀浆, 用丙酮荡洗, 合并丙酮溶液于离心管中, 加入甲胺磷内标液 4.0 μL, NaCl 饱和溶液 50 μL, 正己烷 2 mL, 振荡, 离心, 弃去上清液, 再加入二氯甲烷 2.5 mL, 振荡, 离心, 取下层物质于 40 °C 吹干, 以 50 μL 丙酮溶解残留物, 进样 2.0 μL。

2 结果与讨论

2.1 色谱图

在上述的色谱条件下, 保留时间甲胺磷为 3.42 min, 久效磷为 6.03 min, 见图 1。

2.2 工作曲线

取不含久效磷的鱼肉、鱼内脏约 0.5 g, 分别加入不同体积久效磷标准工作液, 使其含量分别为

收稿日期: 2001-07-17; 修订日期: 2001-10-08

作者简介: 杨丽莉(1968-), 女, 江苏沛县人, 工程师, 大学本科, 曾发表论文 10 余篇。

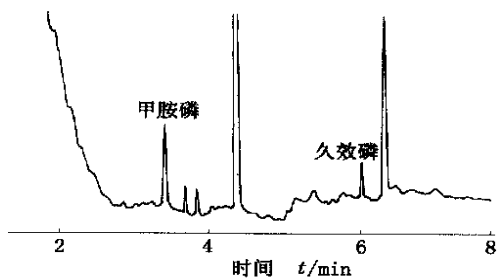


图 1 鱼肉样品的久效磷色谱峰

3.5 ng、10.6 ng、17.6 ng、35.2 ng、88.0 ng、176.0 ng 和 264.0 ng, 按样品测定方法分析。久效磷与内标物峰面积的比值 Y 与其含量 w 呈线性关系, 回归方程:

$$\text{鱼肉 } Y = 0.022 + 0.0079w, r = 0.9995;$$

$$\text{鱼内脏 } Y = 0.034 + 0.0074w, r = 0.9999.$$

2.3 精密度和回收率

在鱼肉、鱼内脏中分别加入久效磷 3.5 ng、35.2 ng 和 264 ng 作精密度和加标回收试验, 鱼肉相对标准差为 4.8% ~ 6.7%, 回收率 78.6% ~ 83.3%; 鱼内脏相对标准差为 3.3% ~ 7.0%, 回收率为 72.6% ~ 80.0%。

(上接第 4 页) 理性、环境承载能力的可靠性、环境污染集中控制的可行性、生态恢复和环境管理措施的可操作性等相应内容。

3 向无组织排放污染物型建设项目验收监测拓展

在建设项目中, 对无组织排放污染物是不能忽视的。因此, 必须对其建设项目进行环境影响评价和验收监测。虽然在有的环境监测技术规定中, 已对无组织排放污染物的监测方法作了规定, 但是, 还有一些无组织排放污染物缺少验收监测方法。例如: 对水土流失或地表径流夹带污染物的监测和评价办法。因此, 在向无组织排放污染物建设项目验收监测拓展时, 应继续开展对无组织排放污染物的监测方法研究。

4 向特定污染物监测拓展

在有些建设项目中会排放一些特定的有机污染物和有毒有害物质, 这些物质对环境的影响越来越受到社会的关注。但是, 由于受监测能力和评价标准的限制, 目前在验收监测中, 多数仍停留在对 SO_2 、 NO_x 等常规要素的监测。因此, 应加快对特定污染物监测方法和评价标准的研究, 以便为拓展验收监测打下基础。

2.4 方法检测限

以基线噪音 2 倍为检测限, 当取样量为 0.5 g 时, 方法检测限为 0.002 mg/kg。

采用内标法代替常用的外标法^[2-4], 定量准确, 不会因仪器和检测条件的变化而影响测定结果。选择甲胺磷作为内标物, 性质稳定, 它能与久效磷完全分离。直接用二氯甲烷提取样品, 回收率有所提高。由于生物样品中的杂质较多, 虽不干扰分析, 但会污染检测器, 故用正己烷洗涤后再用二氯甲烷提取, 可去除一些脂溶性杂质。此方法也可用来测定其他生物样品或农作物样品中的久效磷。

[参考文献]

- [1] 王泓富. 毒物快速系列分析手册[M]. 合肥: 安徽科学技术出版社, 1986. 67-85.
- [2] 张乔. 农药污染物残留分析方法汇编(第 1 集)[M]. 北京: 化学工业出版社, 1990. 302-304.
- [3] 中华人民共和国国家进出口商品检验局. 农药残留量气相色谱法[M]. 北京: 中国对外经济贸易出版社, 1986. 434.
- [4] 农业部农药检定所. 农药残留量实用检测方法手册(1)[M]. 北京: 中国农业科技出版社, 1995. 240-243.

本栏目责任编辑 李延嗣

5 验收监测涵盖环境保护“三同时”的全过程

根据环发[2000]38号文件精神, 以往把验收监测局限于对环境治理设施末端排放污染物的验收监测、局限于对污染物浓度的监测以及只局限于对排放污染物的测试而忽视监督检查的做法, 应当改进。应该加强建设项目立项、可行性研究、设计、施工和试生产等各阶段的环境管理, 把验收监测涵盖到建设项目环境保护“三同时”的全过程, 而不应局限于建设项目环境治理设施末端的测试。要对建设项目的生产工艺、流程 and 环境保护设施的先进性、合理性进行测试、检查和评价, 对建设项目的的环境影响、排放总量、环境质量及企业内部环境管理等情况进行全面的测试、检查和评价。

总之, 随着验收监测工作的深入开展, 应不断拓展验收监测的内涵, 以适应环境管理和社会发展的需要。目前, 环发[2000]38号文件的附件《建设项目环境保护设施竣工验收监测技术要求(试行)》的内容, 主要是针对工业生产型的建设项目。因此, 随着验收监测内涵的拓展, 应加强对验收监测技术的研究, 以便对该技术要求进行修改和充实。同时应加强环境标准和制度的研究, 为拓展验收监测内涵提供必要的条件。