

# 青海牦牛体内倍硫磷的气相色谱分析

赵静玫 胡凤祖 师治贤

(中国科学院西北高原生物研究所, 西宁, 810001)

## 摘要

用气相色谱法对青海牦牛体内倍硫磷的微量残留量进行了分析。方法快速、准确、回收率为90%，最低检测限为 $10^{-9}$ 毫克。

**关键词:** 青海牦牛; 倍硫磷; 残留量; 气相色谱

牛皮蝇蛆病是牛的主要寄生虫病之一, 由于牛皮蝇的危害, 使被寄生牦牛营养不良、体质下降、生长发育缓慢, 对牛皮也有较大的损坏作用。严重地制约了畜牧业的发展。每年因该病给青海省造成了巨大的经济损失(杨发春, 1983)。为消灭牛皮蝇, 采用注射倍硫磷来防治牛皮蝇。倍硫磷是一种有毒的杀虫剂, 它在牦牛体内超标残留量, 会影响人体健康, 严重时会使人中, 甚至危及生命。因此测定倍硫磷在牦牛体内的残留量, 对合理使用倍硫磷和防治对人体的2次污染具有十分重要的意义。为此采用气相色谱配火焰光度检测器, 对注射药剂后不同时间牦牛的不同部位的倍硫磷残留进行了测定。方法准确、可靠、回收率高。

## 一、实验部分

(1) 样品来源 牦牛不同组织和器官的样品由青海省畜牧厅兽医总站提供。

(2) 仪器与试剂

a. 气相色谱仪 英国 pye-104 型

b. 匀浆器 国产 20 000 转/分钟

c. 乙腈、苯 (西安化学试剂厂) 均为分析纯

d. 倍硫磷标准样品含量 95%, 青海省畜牧厅兽医总站提供。

(3) 倍硫磷提取方法

a. 取牦牛肌肉、肝脏、肾脏、脾脏样品各 50 克, 置匀浆器中, 匀 5 分钟 (10 000

本文 1995 年 9 月 19 日收到。

转/分钟), 然后置索氏提取器中, 用苯提取 2 次, 每次用 150 毫升苯, 提取 4 小时。合并 2 次提取液后, 经浓缩、纯化后上气相色谱仪分析。

(2) 取脂肪和骨髓样品各 40 克, 置研钵中研细后, 用索氏提取器提取, 每次用 100 毫升乙腈提取 2 次, 每次 4 小时。提取液小心浓缩后上气相色谱仪分析。

(4) 样品的定性定量

a. 倍硫磷的定性采用标准样加入法, 保留时间确证。定量采用外标法定量, 该方法的回收率为 90—95%。

b. 实验条件 根据倍硫磷的特性和残留量的变化, 选择以下气相色谱分离条件:

分离柱 2 米×4 毫米 (ID) 不锈钢柱 氢气流速 140 毫升/分钟

固定液 20% 硅油 空气流速 100 毫升/分钟

固定相 101 白色担体 (经酸洗) 氧气流速 20 毫升/分钟

火焰光度鉴定器 用 394 纳米滤光片 氮气流速 40 毫升/分钟

柱温 150°C 进样量 1 微升

鉴定器温度 170°C 其分离图如图 1、图 2。

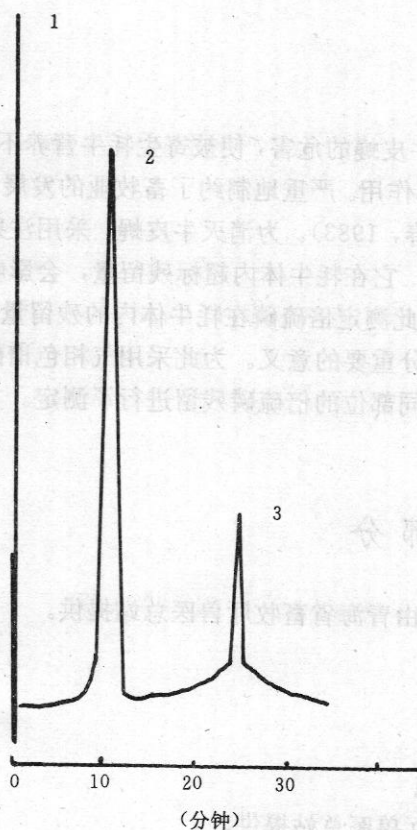


图 1 倍硫磷标样色谱图

Fig. 1 Chromatogram of standard fenthion

峰 1. 溶剂 峰 2. 倍硫磷 峰 3. 杂质

1. solvent 2. fenthion 3. impurity

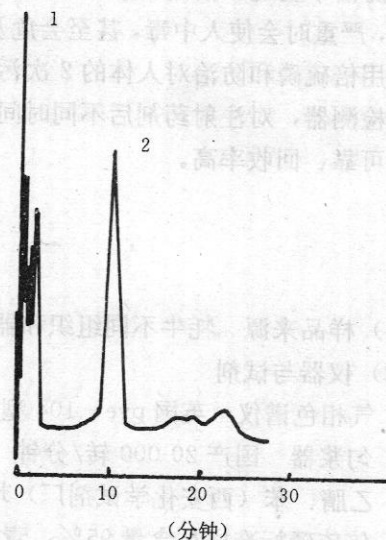


图 2 倍硫磷样品色谱图

Fig. 2 Chromatogram of sample fenthion

峰 1. 溶剂 峰 2. 倍硫磷

1. solvent 2. fenthion

## 二、结果与讨论

从表1测定结果看出, 牦牛的不同组织和器官随时间的变化对倍硫磷的积累程度不同, 分布相异。从分布结果来看, 倍硫磷残留量与时间无明显的线性关系。

倍硫磷到达肝脏的时间最短, 注射杀虫剂1天后就达到最高值, 之后急促下降, 到7天时又出现峰值, 表明倍硫磷通过血液循环在肝脏中富集。肾脏在2天后出现最大值, 而脾脏分别在第4天和第14天2次出现峰值。30天后, 肝、肾、脾中倍硫磷残留量趋于一致。倍硫磷在脂肪层注射, 4天时脂肪中含量最高, 之后向全身扩散, 但最后25天仍有较高浓度的残留。只有肌肉在整个观察期倍硫磷无明显起伏, 残留量较低。

倍硫磷是防治牛皮蝇的特效药物, 但从其吸收与排泄情况分析, 建议慎重使用, 尤其不能食用注射过倍硫磷不久的牦牛肉和脏器。

表1 牦牛组织中倍硫磷含量  
Table 1 Content of fenthion of tissues for *Bos grunniens* (Wet weight, mg/kg)

残留周期(天) Residue Period(day)	肌肉 Muscle	脂肪 Fat	骨髓 Marrow	肝脏 Liver	脾脏 Spleen	肾脏 Kidney
1	0.10	0.40	0.37	2.31	0.37	0.16
2	0.18	0.63	1.73	0.32	1.38	0.69
4	0.24	0.70	0.32	0.42	2.00	0.59
7	0.29	0.55		1.62	0.10	0.09
10	0.27	0.43	0.47	0.27	0.50	0.21
14	0.26	0.42	0.42	0.14	1.94	0.49
19	0.22	0.71	0.75	0.05	0.10	0.55
25	0.15	1.46	0.34	0.25	0.56	0.24
30			0.36	0.41	0.46	0.46

## 参 考 文 献

杨发春, 1983, 青海畜牧兽医杂志, (3): 38—39。

郭键锋、王仁萍, 1991, 环境水体中乐果、甲基对硫磷的色谱测定, 分析化学, 19 (10): 1186—1188。

詹益兴编著, 1983, 实用气相色谱分析, 湖南科学技术出版社, 46—48。

# GAS CHROMATOGRAPHIC ANALYSIS OF MICRO-RESIDUE OF FENTHION FROM TISSUES OF *BOS GRUNNIENS* IN QINGHAI

Zhao Jingmei, Hu Fengzu and Shi Zhixian

(Northwest Plateau Institute of Biology,

The Chinese Academy of Sciences, Xining, 810001)

This paper reports the determination of content of microresidue of fenthion from tissues of *Bos grunniens* in Qinghai by gas chromatography. The detection limit is  $10^{-9}$  mg for fenthion, The precision and accuracy of the method have been examined. The average recovery is 90%.

**Key words:** *Bos grunniens*; Fenthion; Residue; Gas chromatography

Table 1 Content of fenthion in tissues of *Bos grunniens* (Wet weight, mg/kg)

Residue Period (day)	Muscle	Fat	Marrow	Liver	Spleen	Kidney
1	0.10	0.40	0.37	2.31	0.37	0.18
2	0.18	0.83	1.73	0.32	1.38	0.89
4	0.24	0.70	0.32	0.42	2.00	0.83
7	0.28	0.28		1.82	0.10	0.88
10	0.27	0.48	0.47	0.27	0.20	0.81
14	0.28	0.42	0.42	0.14	1.84	0.49
18	0.22	0.31	0.72	0.06	0.10	0.28
22	0.12	1.48	0.84	0.28	0.28	0.24
30			0.28	0.41	0.48	0.48

精 文 卷 二