

固相萃取法用于果蔬中有机氯及菊酯类农药残留的测定

1 前言

有机氯农药是用于防治植物病、虫害的组成成分中含有有机氯元素的有机化合物。主要分为以苯为原料和以环戊二烯为原料的两大类。使用最早、应用最广的杀虫剂有 DDT 和六六六，以及氯丹、七氯、艾氏剂等。菊酯类农药是广谱性的杀虫剂，对多种害虫的防止有特效。有机氯及菊酯类农药的残留性可导致对环境及作物的污染，同时也对人们的健康造成影响。本文用 SPE400 全自动机械臂固相萃取仪对果蔬中有机氯及菊酯类农药的整个检测过程中的净化环节进行了实验。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

SPE400 全自动机械臂固相萃取仪、气相色谱仪、匀浆机、氮吹仪，粉碎机

2.2 试剂及耗材

乙腈、正己烷、丙酮、氯化钠；丙酮+正己烷 (10+90)：10mL 丙酮和 90mL 正己烷充分混匀后备用；弗罗里矽柱，6ml，填充物 1000mg；有机氯农药标准品 (10ug/mL)、菊酯类农药标准品 (10ug/mL)

3 实验方法

3.1 实验步骤

3.1.1 取样

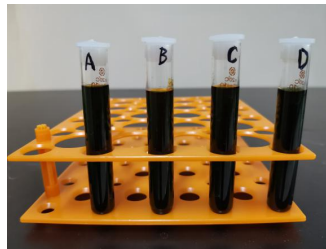
取果蔬可食部分，将其切碎，充分混匀放入粉碎机中粉碎，制成待测样。

3.1.2 提取

准确称取三份 25.0g 试样于烧杯中，向其中两份分别准确加入 0.25mL 有机氯和菊酯类农药标准品，等待 10min 后分别向烧杯中加入 50mL 乙腈，使用匀浆机高速匀浆 2min 后用滤纸过滤，滤液收集到装有 7g 左右氯化钠的 100ml 具塞量筒中，收集滤液 50mL，盖上盖子，剧烈震荡 1min，在室温下静置 30min，使乙腈相和水相分层。

3.1.3 浓缩

从具塞量筒中吸取 10mL 乙腈溶液，放入 10mL 样品管中，样品管放在 70℃氮吹仪上加热氮吹至近干，后加入 2mL 正己烷，盖上样品管塞，待净化。除不加样品外，空白实验按上述步骤进行。



3.1.4 固相小柱净化

过程	试剂名称	用量	速度	等待时间	空气助推	次数
活化	丙酮+正己烷 (10+90)	5mL	3mL/min	0s	2mL	1
	正己烷	5mL	3mL/min	5s	2mL	1
上样		2mL	3mL/min	0s	2mL	1
润洗上样	丙酮+正己烷 (10+90)	5mL	80mL/min	5s	2mL	2

将盛有收集液的收集管置于氮吹仪上，50℃条件下氮吹蒸发至小于 5mL，后用正己烷定容至 5mL，混匀，分别移入两个 2mL 自动进样器样品瓶中，待测。

3.1.5 色谱测定条件

色谱柱：1.0m，0.25mm 内径，脱活石英毛细管柱；

分析柱采用两根色谱柱，分别是：

A 柱：100%聚甲基硅氧烷柱：30m*0.25mm*0.25um 或相当者；

B 柱：50%聚苯基甲基硅氧烷柱：30m*0.25mm*0.25um 或相当者；

进样口温度：200℃

检测器温度：320℃

柱温：150℃（保持 2min）以 6℃/min 升温至 270℃（保持 8min，溴氰菊酯保持 23min）；

载气：氮气，纯度≥99.999%，流速 1mL/min；

辅助气：氮气，纯度≥99.999%，流速 60mL/min

进样方式：分流进样，分流比为 10:1。

3.1.6 色谱分析

由自动进样器分别吸取 1uL 标准混合溶液和净化后的样品溶液注入色谱仪中，以双柱保留时间定性，以 A 柱获得的样品溶液峰面积于标准溶液峰面积比较定量。

双柱测得的样品溶液中未知组分的保留时间分别与标准溶液在同一色谱柱上的保留时间相比较，如果样品溶液中某组分的两组保留时间与标准溶液中的某一农药的两组保留时间相差都在±0.05min 内的可认定为该农药。

4 结果与讨论

4.1 正己烷活化步骤因正己烷从固相小柱流出的速度较为缓慢，需要设置合适的等待时间，当正己烷到达吸附层表面时方可上样，等待过程需加入适量空气助推缩短时间。

4.2 润洗上样可有效减少样品的残留率，80mL/min 的润洗速度可实现喷淋润洗，充分将样品管壁上残留的样品溶液洗下后过柱。

4.3 结论

用固相萃取法净化果蔬中有机氯及菊酯类农药残留的过程实现自动化，减少人力的消耗，实验过程中使用的有机溶剂采用密封处理，降低了对人体的伤害且仪器能精准的控制活化、上样过程中的溶剂流速，使样品净化的更为充分。

参考文献

[1].NY/T 761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定.

注意事项

- 1) 实验中用到的有机试剂均为对人体有害的试剂，建议在通风橱进行并做好防护措施。
- 2) 提取过程中用到的氯化钠需经过 140°C 烘干 4h 后再使用。
- 3) 标准溶液倒出稀释时应用稀释溶剂将标液瓶充分润洗，减少转移过程中的损失。