

# 固相萃取法用于蔬菜中敌草腈残留量的测定

## 1 前言

敌草腈是一种主要用于多年生禾草作物地芽前除草的一种由邻二氯苯制得的除草剂。该农药的除草对象广，药效高，但同时它的使用也会对环境及农作物造成一定的污染。蔬菜作为人们日常饮食健康的摄入物质，其药物残留量的多少至关重要。本文用 SPE400 全自动机械臂固相萃取仪对蔬菜中敌草腈残留量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-质谱仪、组织捣碎机、离心机、氮吹仪、超声波清洗仪

### 2.2 试剂及耗材

乙腈、甲苯、无水硫酸钠、丙酮、二甘醇；乙腈+甲苯（3+1）溶液：取 150mL 乙腈，加入 50mL 甲苯，混匀备用；石墨化炭黑固相萃取小柱（6ml，填充物 500mg），使用前上层加入 1~2g 无水硫酸钠。

## 3 实验方法

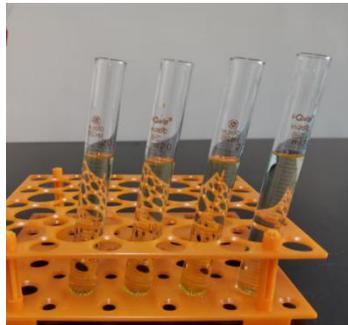
### 3.1 实验步骤

#### 3.1.1 取样

取代表性蔬菜样品 1000g，切碎后用组织捣碎机加工成浆状，混匀备用。

### 3.1.2 提取

称取 5g 均匀试样(精确至 0.01g)于 50mL 聚四氟乙烯离心管中,准确加入 10mL 乙腈,以 10000r/min 均质 0.5min,加入 5g 氯化钠,摇匀,在 40°C以下超声提取 20min,于 8000r/min 离心 8min,移取上层有机相经装有 2~3g 无水硫酸钠的漏斗至 20mL 样品管中;再加入乙腈 10mL,摇匀,在 40°C以下超声提取 20min 后重复上述步骤,合并两次提取的上层有机相,然后用约 5mL 乙腈冲洗漏斗,在样品管中加入 2 mL2%二甘醇-丙酮溶液,在 40°C下浓缩至约 1mL,待净化。



### 3.1.3 固相萃取小柱净化

过程	试剂名称	用量	速度	等待时间	空气助推	氮吹时间	次数
活化	乙腈+甲苯 (3+1)	10mL	5mL/min	0s	5mL	0s	1
上样		1mL	3mL/min	0s	2mL	0s	1
润洗上样	乙腈	2mL	80mL/min	5s	2mL	0s	2
洗脱	乙腈+甲苯 (3+1)	8mL	5mL/min	5s	5mL	0s	1

将收集的洗脱液置于 40°C下氮气流吹至近干。最后用甲苯溶解并定容 1mL,并过 0.45um 有机相滤膜,供气相色谱-质谱测定。

### 3.1.4 气相色谱-质谱测定条件

色谱柱:石英弹性毛细管柱 DB-5ms, 30m\*0.25mm (i.d.), 膜厚 0.25um, 或相当者;

色谱柱温度：110°C保持 1min，以 10°C/min 上升至 160°C,保持 2min，以 20°C/min 上升至 200°C，最后在 300°C后运行 5min；

进样口温度：280°C；

色谱-质谱接口温度：280°C；

载气：氦气（纯度≥99.999%），1mL/min；

进样量：2uL；

进样方式：无分流进样，1.5min 后开阀；

离子源：EI；

电离能量：70ev；

离子源温度：230°C；

四极杆温度：150°C；

测定方式：选择离子监测方式；

选择监测离子（m/z）：定量离子 171,；定性离子 173,136

溶剂延迟：5.8min。

### 3.1.5 色谱测定与确证

根据样液中敌草腈含量的情况，选定浓度相近的标准工作溶液。标准工作溶液和样液中敌草腈响应值应在仪器检测的线性范围内。标准工作溶液和样液等体积穿插进样测定。在上述色谱条件下，敌草腈的保留时间约为 6.0min，对标准溶液及样液均按上述规定的条件进行检查，如果样液与标准溶液在相同的保留时间有峰出现，则对其进行质谱确证，在扣除背景后的样品谱图中，所选择离子全部出现，同时所选择的离子的离子丰度比与标准品相关离子的相对丰度一致，相对离子丰度偏差不超过下表的规定范围，可判定样品中存在敌草腈。

使用气相色谱-质谱定性时相对离子丰度最大容许误差

相对丰度 ( 基峰 )	> 50%	> 20%至 50%	> 10%至 20%	≤10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

## 4 结果与讨论

4.1 国标要求整个萃取过程的流速不超过 6mL/min。

4.2 上样开始收集全部流出液约 13mL。

4.3 用固相萃取法净化蔬菜中敌草腈残留量的净化过程实现自动化处理，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、洗脱等溶剂流速，使样品净化的更为充分。

## 参考文献

[1]. GB 23200.59-2016 食品安全国家标准 食品中敌草腈残留量的测定 气相色谱-质谱法