

茶叶中拟除虫菊酯农药残留的净化

(1. PromoChrom Technologies Ltd. 2. 北京绿绵科技有限公司)

对于植物样品中低极性的农药(如有机氯和拟除虫菊酯)残留分析,目前仍旧使用自己填装的佛罗里硅土柱或硅胶柱。传统的手动固相萃取法,需要繁琐的人工操作,工作效率低下,而且容易产生较大的误差而导致回收率和重复性不佳,本文将以茶叶中的拟除虫菊酯农药残留分析为例,介绍一种简便的全自动的固相萃取方法以替代手动固相萃取法,以获得更快的样品处理速度、更优的重复性及回收率。

1、手动固相萃取步骤

茶叶中拟除虫菊酯农药的分析的典型样品前处理方法为: 10g 磨碎干茶用 80mL 丙酮浸泡过夜。过滤后取 40mL 升(相当 5g 干茶样)提取液。浓缩近干后用正己烷定容至 5mL。柱净化使用装有 5g Florisil (5%水脱活)的玻璃柱。净化步骤为: 先用 10mL 正己烷预淋洗, 然后上样品 5mL, 最后用洗脱液淋洗并收集 25mL。洗脱液为正己烷+苯+丙酮(89:9:2), 组分浓缩定容至 1mL, 然后用 GC-ECD 检测。柱净化的过程中, 吸附剂的表面必须始终保持被溶剂湿润。如果发生溶剂流干, 气泡会进入 Florisil 填料, 影响净化效果。

2、自动固相萃取步骤

SPE-01 全自动固相萃取仪既可以使用传统手工填装的玻璃柱, 也可以使用市售的标准固相萃取柱, 用户可以选择使用多达五种淋洗溶剂。

传统的手动方法移植至 SPE-01 上非常简单方便, SPE-01 的相应方法设置只需要四行指令。SPE 柱改用 6mL SPE 空管柱, 内装 5 克 Florisil。以下为 SPE-01 的相应方法(溶剂 1 为洗脱液 正己烷+苯+丙酮, 溶剂 2 为正己烷):

行号	操作	流速	体积	注释
0	Elute 2	6	5.0	用溶剂 2 (正己烷) 淋洗 5 毫升, 流速 6 毫升/分。

1	Add samp	6	5.0	加样 5 毫升，流速 6 毫升/分。
2	Elute 1	6	0.2	将淋洗溶剂切换到洗脱液。
3	Collect 1	6	25	继续用洗脱液淋洗，收集 25 毫升组分到试管 1。

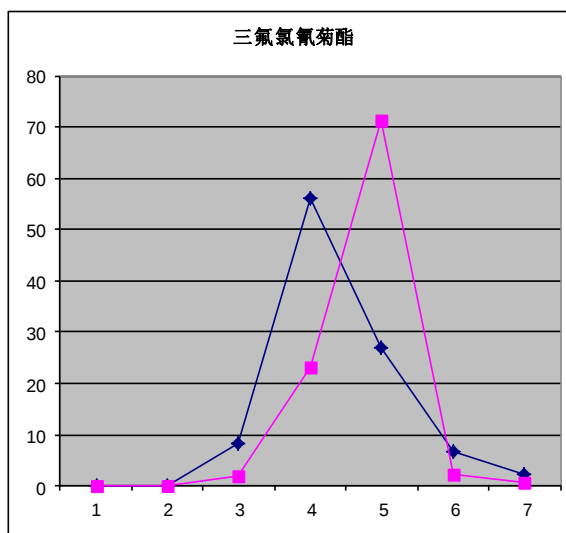
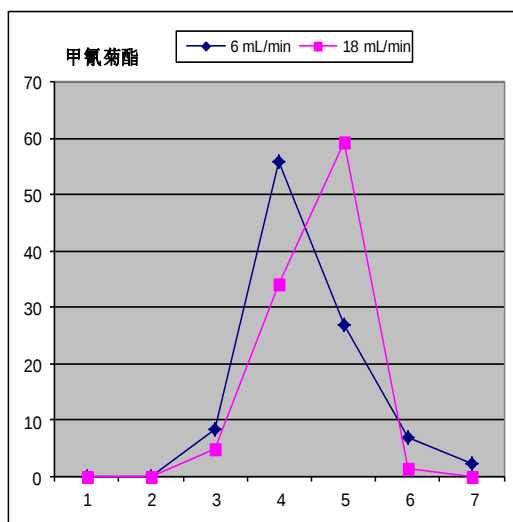
3、结果与讨论

3.1 回收率结果

SPE-01 设定淋洗流速 6mL/min 时，相当于手动柱净化时溶剂靠重力自然流出时的速度。在任何优化的情况下五种拟除虫菊酯农药得到了 93-106%的回收率。同时测试了仪器抗交叉污染的情况，由于仪器可以做到连续冲洗管路，相邻通道的空白样品完全不受污染。

3.2 方法的再优化

使用 SPE-01 可以很快获得分析物的淋洗流出曲线，测定了五种拟除虫菊酯农药在不同淋洗流速下的流出曲线。下图展示了四种拟除虫菊酯的流出曲线图。



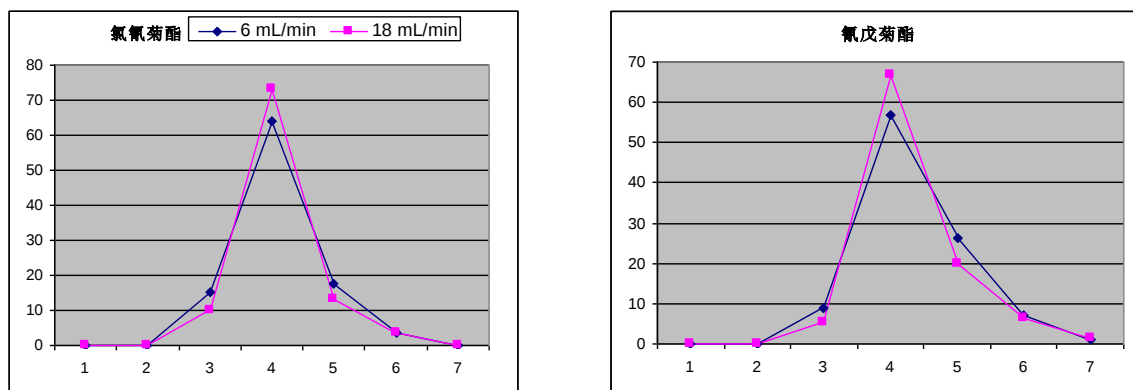


图1 甲氰菊酯、三氟氯氰菊酯、氯氰菊酯、氰戊菊酯的在不同流速下的流出曲线

结果表明，将流速由 6mL/min 提高到 18mL/min 不会显著改变拟除虫菊酯农药的流出曲线和流出体积。因此可以将流速增加到 15mL/min，从而提高处理速度。

另外在 SPE-01 的淋洗过程中，即使 Florisil 发生溶剂流干，也不影响净化效果。这是因为在正压洗脱过程中，吸附剂中的气泡可以很快被淋洗溶剂挤出。