

全自动固相萃取-气相色谱法测定水产品中氟乐灵残留量

关键词

全自动固相萃取；气相色谱法；氟乐灵

介绍

氟乐灵（TRIFLURALIN）又名氟乐宁、氟特力、茄科宁，化学名称为2,6-二硝基-N,N-二正丙基-4-三氟甲基苯胺，分子式为 $C_{13}H_{16}F_3N_3O_4$ ，结构式如图1所示。氟乐灵是一种广泛应用的选择性芽前二硝基苯胺除草剂，具有杀草谱广、除草效果稳定等特点。氟乐灵的大量应用减少了农作物的损失，但也不可避免的带来负面影响。在氟乐灵施用于农田后，随地表径流进入地表水，可在水中残留，具有蓄积性和迁移性，对鱼类有急性毒性，被列为水污染物质之一，可威胁地表水生态环境。

氟乐灵虽对鱼类具高毒，但对虾蟹类的毒性较低。因可控制虾蟹类体表的寄生虫和养殖池塘中的青苔而正在我国虾蟹类养殖上广泛应用。因其可在水体环境及水产品体内残留而成为当前影响水产品质量安全和人类健康的潜在风险隐患，日益受到国内外的关注。对于氟乐灵的测定在我国现行有两个国标：《GB/T 5009.172-2003 大豆、花生、豆油、花生油中的氟乐灵残留量的测定》和即将实施的《GB 31660.3-2019 食品安全国家标准 水产品中氟乐灵残留量的测定气相色谱法》。我们可以看到，对于水产品中的氟乐灵是首次发布强制性检测，由此可见其重要性。

水产品中氟乐灵残留量的测定



氟乐灵 (Trifluralin) 又名氟乐宁、氟特力、茄科宁, 化学名称为2,6-二硝基-N,N-二正丙基-4-三氟甲基苯胺, 分子式为 $C_{13}H_{16}F_3N_3O_4$ 。氟乐灵是一种应用广泛的选择性芽前二硝基苯胺除草剂, 具有杀草谱广、除草效果稳定等特点。氟乐灵的大量应用减少了农作物损失, 但也不可避免的带来负面影响。在氟乐灵施用于农田后, 随地表径流进入地表水, 可在水中残留, 具有蓄积性和迁移性, 对鱼类有急性毒性, 被列为水污染物质之一, 可威胁地表水生态环境。

氟乐灵虽对鱼类具高毒, 但对虾蟹类的毒性较低。因其可控制虾蟹类体表的寄生虫和养殖池塘中的青苔而正在我国虾蟹类养殖上广泛应用。由于其可在水体环境及水产品体内残留而成为当前影响水产品质量安全和人类健康的潜在风险隐患, 日益受到国内外的关注。对于氟乐灵的测定我国现行有两个国标: 《GB/T 5009.172-2003 大豆、花生、豆油、花生油中的氟乐灵残留量的测定》和已经实施的《GB 31660.3-2019 食品安全国家标准 水产品中氟乐灵残留量的测定 气相色谱法》。我们可以看到, 对于水产品中氟乐灵的检测标准是首次发布的强制性检测标准, 由此可见其重要性。

本方法中试样中氟乐灵残留经丙酮提取, 正己烷液液萃取, 弗罗里硅土柱净化后, 气相色谱电子捕获检测器测定, 以外标法定量。

仪器、耗材与试剂

| | |
|----|--|
| 仪器 | Raykol Fotector Plus 高通量全自动固相萃取仪 |
| | Raykol AP 200全自动液体样品处理工作站 |
| | Raykol Auto EVA 80高通量全自动平行浓缩仪 |
| | Raykol MPE系列高通量真空平行浓缩仪 |
| | GC-ECD |
| 耗材 | 弗罗里硅土固相萃取柱 (RayCure Florisil, 1g/6mL), 货号: RC-204-16945 |
| 试剂 | 丙酮 (HPLC); 正己烷 (HPLC); 二氯甲烷 (HPLC); 2%硫酸钠溶液: 称取无水硫酸钠 2g, 加水溶解并稀释至100mL; 体积分数为10%的二氯甲烷正己烷溶液: 取二氯甲烷 10mL, 加正己烷溶解并稀释至100mL, 混合均匀。 |

标准曲线配制

将 0.1μ 将 $1.0\mu\text{g/mL}$ 的氟乐灵标准储备液取出, 于室温平衡后用Auto Prep 200全自动液体样品处理工作站配成浓度为 10ng/mL 的中间液, 再配成0.5、1.0、5.0、10.0、 $20\mu\text{g/L}$ 的标准工作曲线。

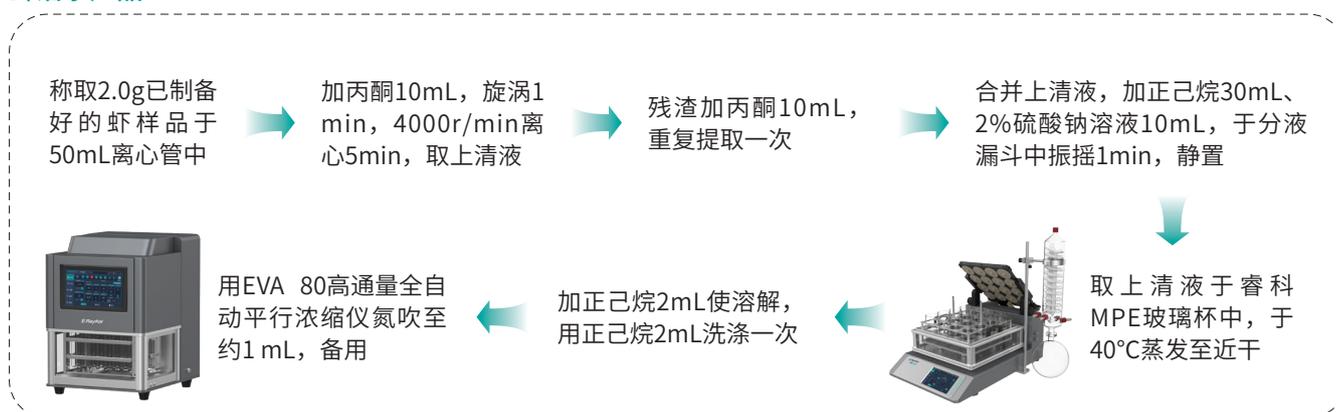


全自动液体样品处理工作站

| 序号 | 命令 | 源液位 | 源液浓度 | 源液体积(ml) | 目标位 | 目标浓度 | 目标体积(ml) | 溶剂 | 洗针溶剂 |
|----|------|-----|---------|----------|-----|--------|----------|-----|------|
| 1 | 填充管路 | | | | | | 3.00 | 正己烷 | |
| 2 | 直接稀释 | A1 | 1000.00 | 1.00 | A11 | 100.00 | 1.00 | 正己烷 | 正己烷 |
| 3 | 直接稀释 | A11 | 100.00 | 1.00 | A12 | 10.00 | 1.00 | 正己烷 | 正己烷 |
| 4 | 直接稀释 | A12 | 10.00 | 1.00 | A41 | 0.50 | 1.00 | 正己烷 | 正己烷 |
| 5 | 直接稀释 | A12 | 10.00 | 1.00 | A42 | 1.00 | 1.00 | 正己烷 | 正己烷 |
| 6 | 直接稀释 | A12 | 10.00 | 1.00 | A43 | 5.00 | 1.00 | 正己烷 | 正己烷 |
| 7 | 直接稀释 | A11 | 100.00 | 1.00 | A44 | 10.00 | 1.00 | 正己烷 | 正己烷 |
| 8 | 直接稀释 | A11 | 100.00 | 1.00 | A45 | 20.00 | 1.00 | 正己烷 | 正己烷 |
| 9 | 方法结束 | | | | | | | | |

样品制备

鲜活水产品



净化



固相萃取净化条件

| | |
|----------|--------------------------|
| 全自动固相萃取仪 | Fotector Plus高通量全自动固相萃取仪 |
| 固相萃取柱 | 弗罗里硅土柱 (1g/6mL) |
| 活化 | 二氯甲烷 |
| 淋洗 | 正己烷 |
| 洗脱 | 10%二氯甲烷正己烷 |

| 命令 | 溶剂 | 排出 | 流速 (mL/min) | 体积 (mL) | 时间 (min) |
|--------|------------|------|-------------|---------|----------|
| 清洗样品通道 | 二氯甲烷 | | | | 3.9 |
| 活化 | 二氯甲烷 | 有机废液 | 5 | 5 | 1.8 |
| 活化 | 正己烷 | 有机废液 | 5 | 5 | 1.4 |
| 上样 | | 有机废液 | 2 | 2 | 1.4 |
| 清洗样品瓶 | 正己烷 | 有机废液 | 60 | 3 | 2.3 |
| 清洗样品瓶 | 正己烷 | 有机废液 | 60 | 3 | 2.3 |
| 清洗样品瓶 | 正己烷 | 有机废液 | 60 | 3 | 2.3 |
| 气推 | | 有机废液 | 80 | 10 | 0.9 |
| 洗脱 | 10%二氯甲烷正己烷 | 收集 | 1 | 5 | 5.4 |
| 气推 | | 收集 | 10 | 10 | 1.8 |
| 结束 | | | | | |

液相色谱条件

| | |
|-------|--|
| 柱子 | HP-5ms石英毛细管柱 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm) |
| 载气 | 高纯氮气，纯度 ≥ 99.999%，流速 1.2 mL/min |
| 进样方式 | 无分流进样 |
| 进样口温度 | 230°C |
| 进样体积 | 1 μL |
| 检测器 | Agilent 7890B (ECD) |
| 检测器温度 | 300°C |
| 柱温 | 初始柱温 70°C，保持 1 min，以 30°C/min 升至 185°C，再以 25°C/min 升至 280°C，保持 5 min |

图-1. Fotector Plus固相萃取方法



睿科集团股份有限公司
RayKol Group Corp., Ltd.

智能化、自动化实验室整体解决方案

网址: www.raykol.com

电话: 400-885-1816

邮箱: info@raykol.com



本文中的信息、说明和技术指标如有变更, 恕不另行通知

© 睿科集团股份有限公司

2020年10月版