

Определение остаточного содержания трифлуралина в продуктах водного промысла



Трифлуралин, также известный как флуотелин, солаконин (химическое название 2,6-динитро-N,N-ди-н-пропил-4-трифторметиланилин, молекулярная формула C₁₃H₁₆F₃N₃O₄) - широко используемый селективный довсходовый динитроанилиновый гербицид, обладающим широким гербицидным спектром и стабильным гербицидным действием. Широкое применение трифлуралина уменьшило потери урожая, но также неизбежно вызвало негативные последствия. После внесения на сельскохозяйственные угодья, трифлуралин попадает в поверхностные воды и может оставаться в водоеме. Этот гербицид обладает свойствами накопления и миграции, остроотоксичен для рыб. Внесен в список загрязнителей вод и может представлять угрозу для экологии.

Трифлуралин очень токсичен для рыб, но менее токсичен для креветок и крабов. Трифлуралин широко используется при выращивании креветок и крабов, т.к. может контролировать развитие паразитов на их поверхности, а также на мхе в культурном пруду. Накопление Трифлуралина в водной среде и водных продуктах становится потенциальным фактором риска, влияющим на качество и безопасность водных продуктов и здоровье человека, и привлекает все большее внимание в мире. В настоящее время в Китае существует два национальных стандарта для определения трифлуралина: «GB/T 5009.172-2003 Определение остатков трифлуралина в соевых бобах, арахисе, соевом масле и арахисовом масле» и Национальный стандарт безопасности пищевых продуктов GB 31660.3-2019 «Определение остатков трифлуралина в водных продуктах методом газовой хроматографии».

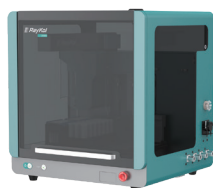
В этом методе остаток трифлуралина в образце экстрагировали ацетоном, жидкость-жидкостной экстракцией н-гексаном. После очистки на колонке Florisil для количественного определения использовали газовый хроматограф с электронзахватным детектором, используя метод внешнего стандарта.

Оборудование, расходные материалы и реактивы

Оборудование	Raykol Fotector Plus Высокопроизводительная автоматическая система твердофазной экстракции
	Raykol AP 300 Полностью автоматическая рабочая станция для обработки жидких проб
	Raykol Auto EVA 80 Высокопроизводительный автоматический параллельный концентратор
	Высокопроизводительный вакуумный параллельный концентратор серии Raykol MPE
	GC-ECD
Расходные материалы	Картридж для твердофазной экстракции Florisil (RayCure Florisil, 1 г/6 мл), кат.№: RC-204-16945
Реактивы	Ацетон ("для ВЭЖХ"); н-гексан ("для ВЭЖХ"); дихлорметан ("для ВЭЖХ"); 2% раствор сульфата натрия: взвесить 2 г безводного сульфата натрия, растворить в небольшом количестве воды и довести до 100 мл; раствор дихлорметан / н-гексан с объемной долей 10%: Возьмите 10 мл дихлорметана, добавьте н-гексан для растворения, разбавьте до 100 мл и хорошо перемешайте.

Калибровка

Возьмите 0,1 мкл стандартного исходного раствора трифлуралина 1,0 мкг/мл, уравновесьте его при комнатной температуре, используйте рабочую станцию автоматической обработки жидких проб AP 300 для приготовления промежуточного раствора с концентрацией 10 нг/мл, а затем приготовьте 0,5, 1,0, 5,0, 10,0, 20 мкг/л для построения калибровки.

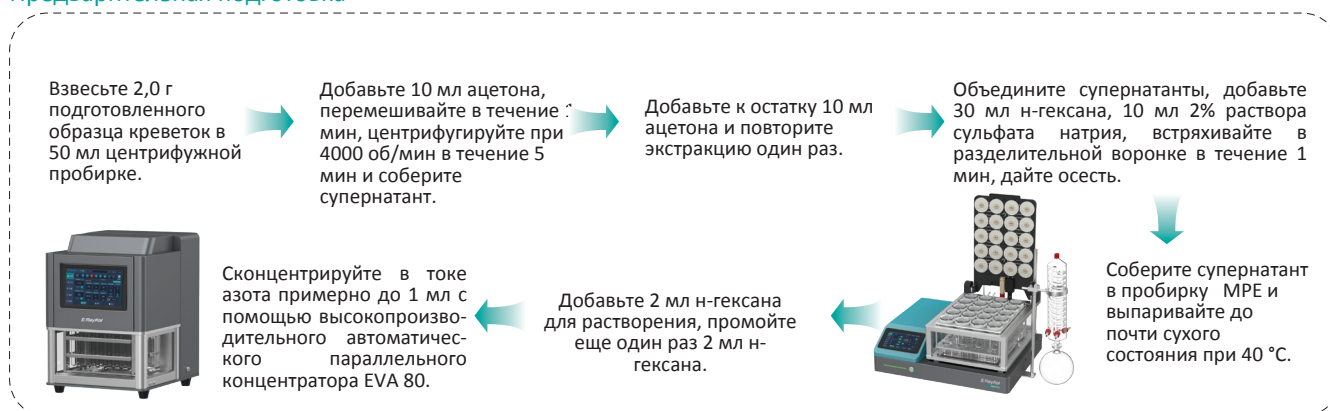


Полностью автоматическая рабочая станция для обработки жидких проб

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		
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								

Подготовка образца

Предварительная подготовка



Очистка



Очистка твердофазной экстракцией

Автоматический твердофазный экстрактор	Высокопроизводительный автоматический прибор для твердофазной экстракции Fotector Plus
Картридж ТФЭ	Колонка Florisil (1 г/6 мл)
Активация	Дихлорметан
Промывка	н-гексан
Элюирование	10% дихлорметан н-гексан

Условия хроматографирования

Картридж	Кварцевая капиллярная колонка HP-5ms (30 м×0,25 мм×0,25 мкм)
Газ-носитель	Азот высокой чистоты, скорость потока 1,2 мл/мин.
Метод инъекции	Без деления потока
Температура инжектора	230°C
Объем инъекции	1мкл
Детектор	Газовый хроматограф с ЭЗД
Температура детектора	300°C
Температурная программа	Начальная температура колонки 70°C, выдерживается 1 мин, повышается до 185°C со скоростью 30°C/мин, затем повышается до 280°C со скоростью 25°C/мин, выдерживается 5 мин.

Процедура	Растворитель	Слив	Скорость потока (мл/мин)	Объем (мл)	Время (мин)
Очистка канала образцов	Дихлорметан				3.9
Активация	Дихлорметан	Орг. отходы	5	5	1.8
Активация	н-гексан	Орг. отходы	5	5	1.4
Загрузка образца		Орг. отходы	2	2	1.4
Промывка флаконов	н-гексан	Орг. отходы	60	3	2.3
Промывка флаконов	н-гексан	Орг. отходы	60	3	2.3
Промывка флаконов	н-гексан	Орг. отходы	60	3	2.3
Продувка		Орг. отходы	80	10	0.9
Элюирование	10% дихлорметан в н-гексане	Сбор	1	5	5.4
Продувка		Сбор	10	10	1.8
Окончание					

Рис.1. Метод твердофазной экстракции Fotector Plus

Результаты и обсуждение

Чтобы проверить степень извлечения метода, к образцам свежих креветок (2 г) добавили стандарт трифлуралина (200 мкл, 10 нг/мл) для проверки влияния матрицы (n = 3). Данные представлены в таблице 1: степень извлечения трифлуралина составляла 70-110%, а значение относительного стандартного отклонения колебалось в пределах 10%. Это показывает, что данный метод может быть хорошо применен для обнаружения трифлуралина в водных продуктах.

Таблица 1. Степень извлечения и значения RSD для свежих морепродуктов (2 мкг/кг)

Соединение	Коэффициент извлечения (%)	Коэффициент извлечения (%)	Коэффициент извлечения (%)	Средний коэффициент извлечения	RSD(%)
	Образец-1	Образец-2	Образец-3	Среднее значение, %	
Трифлуралин	95.3	73.9	88.1	85.77	6.84

ИТОГИ

- Метод, описанный в данной статье соответствует требованиям "GB 31660.3-2019 Национальный стандарт безопасности пищевых продуктов Определение остатков трифлуралина в водных продуктах - методом газовой хроматографии". Остаток трифлуралина в образце экстрагировали ацетоном, жидкостно-жидкостной экстракцией н-гексаном, очищали на колонке с флорисилом, определяли с помощью газового хроматографа с детектором электронного захвата, количественное определение методом внешнего стандарта.
- Для подготовки калибровочных стандартов используется автоматическая рабочая станция для обработки жидких образцов Raykol AP 300, которая может производить разведение стандартов в различной концентрации для проведения градуировки, добавление образца и разделение образца. Функции обработки жидких образцов, не требуют присутствия персонала на протяжении всего процесса, а запрограммированная работа прибора позволяет предотвратить человеческие ошибки и обеспечить точность и прецизионность графика.
- Вакуумный параллельный концентратор MPE от Raykol обеспечивает большое удобство для процесса пробоподготовки: большой объем образца концентрируется в вакууме при термостатировании на водяной бане, что делает время концентрирования меньше, а эффект - более стабильный.
- Для автоматической твердофазной экстракции используется высокопроизводительный прибор Fotector Plus от Raykol, позволяющий провести весь процесс очистки в один этап: от активации до загрузки образца и элюирования. Таким образом, можно обрабатывать до 180 образцов в день, и процесс твердофазной экстракции может быть завершен эффективно и удобно. В то же время он совмещен с высокопроизводительной автоматической платформой Raykol EVA 80 для концентрирования пробы. Держатели образцов Fotector Plus и EVA 80 совместимы, что позволяет использовать их в обоих приборах без переноса образцов из пробирки в пробирку, работа последовательна и проста, а потери образцов исключены.