



2015版中国药典农药残留测定样品前处理解决方案

EasySep®-1050制备凝胶净化系统

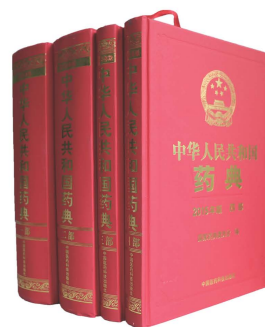
中药材农药残留检测概况

中药材在治疗疑难杂症、养生调理等方面的功效为世界注目，中药材中农药残留问题已成为世界广泛关注的中药安全问题之一，与人类健康和贸易出口有直接关系，因此中药材中农药残留的研究具有重要意义。

中药材农药残留检出率较高的是有机氯类农药，前处理过程是进行农残分析检测的重要环节，一般包括提取和净化过程，常见的净化法有固相萃取法、凝胶渗透色谱法等。

农药残留量测定方法

2015版《中国药典》通则增订了中药材农药残留量测定法，其中22种有机氯类农药残留量测定法规定：均质后的样品经水和乙腈提取后用盐析包（无水硫酸镁+氯化钠）使两相分层，取乙腈相浓缩后用环己烷-乙酸乙酯溶液复溶，以凝胶渗透色谱净化再经弗罗里硅土固相萃取小柱净化。



22种农药残留量测定样品前处理方案

测定依据：2015版《中国药典》中《22种有机氯类农药残留测定法》

适用范围：适用于药材、饮片及制剂中有机氯农药残留检测的样品前处理

1. 样品前处理方法

1.1 供试品溶液制备

- 1) 取供试品，粉碎成粉末（过三号筛），取约1.5 g，精密称定，置于50 mL聚苯乙烯具塞离心管中，加入水10 mL，混匀，放置2小时；
- 2) 精密加入乙腈15 mL，剧烈振荡提取1分钟，再加入预先称好的无水硫酸镁4 g与氯化钠1 g的混合粉末，再次剧烈振荡1分钟，离心（4000转/分）1分钟；
- 3) 精密吸取上清液10 mL，40°C减压浓缩至近干；
- 4) 用环己烷-乙酸乙酯（1:1）混合溶液分次转移至10 mL量瓶中，加环己烷-乙酸乙酯（1:1）混合溶液至刻度，摇匀，转移至预先加入1 g无水硫酸钠的离心管中，振荡，放置1小时，离心（必要时滤过）；
- 5) 取上清液5 mL，过凝胶渗透色谱柱（400 mm×25 mm，内装Bio-Beads S-X3填料；以环己烷-乙酸乙酯（1:1）混合溶液为流动相；流速为每分钟5.0 mL）净化；
- 6) 收集18~30分钟的洗脱液，于40°C水浴减压浓缩至近干，加少量正己烷替换两次，加正己烷1 mL使溶解；
- 7) 转移至弗罗里硅土固相萃取小柱（1000 mg/mL，用正己烷-丙酮（95:5）混合溶液10 mL和正己烷10 mL预洗）；残渣用正己烷洗涤3次，每次1 mL，洗液转移至同一弗罗里硅土固相萃取小柱上，再用正己烷-丙酮（95:5）混合溶液10 mL洗脱；
- 8) 收集全部洗脱液，置氮吹仪上吹至近干，加异辛烷定容至1 mL，涡旋使溶解，即得。

2. 色谱分析

分析条件

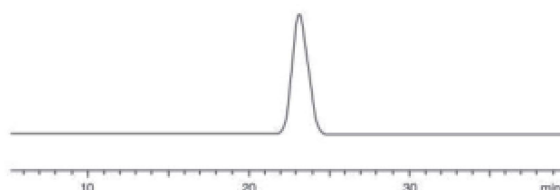
色谱柱：Bio-Beads S-X3, 400 x 25 mm

流速：5 mL/min

柱温：室温

流动相：环己烷：乙酸乙酯=1:1

22种有机氯标准溶液 GPC 谱图



3. 推荐配置

编号	产品类别
1	EasySep®-1050 凝胶净化系统高压输液泵
2	EasySep®-1050 凝胶净化系统紫外检测器
3	CICF-2006 VALCO 手动六通进样阀 (5 mL定量环)
4	凝胶渗透色谱柱 (Bio-Beads S-X3填料)、弗罗里硅土小柱
5	Unimicro Auto Sampler自动进样系统
6	Unimicro chromatography Workstation数据采集系统
7	选配件 (离心机、氮吹仪、旋转蒸发仪、固相萃取装置、22种有机氯农残混标液、标准品等)



附：部分配置详细参数

模块	项目	参数
EasySep®-1050 凝胶净化系统高压 输液泵	输液形式	双柱塞往复串联
	流速范围	0.001 ~ 49.99 mL/min
	流速设定步长	0.01 mL/min
	最大工作压力	35 Mpa, 可设上下限, 可自动报警
	流量准确度	≤ ±2%
	流量精密度	≤ 0.2% RSD
EasySep®-1050 凝胶净化系统紫外 检测器	光源	氘灯
	波长范围	190 ~ 600 nm
	波长准确度	± 1 nm
	波长重复性	优于 0.1 nm
	基线噪声	± 1 × 10 ⁻⁵ Au (甲醇 1 min/mL、波长 254 nm, 1 s)
	基线漂移	≤ 2 × 10 ⁻⁴ Au/h (甲醇 1 min/mL、波长 254 nm, 1 s)
Unimicro Auto Sampler 自动进样系统	进样系统	可变进样体积类型 (在进样过程中无样品损失)
	进样体积设定范围	0.1至100 µL (标配) (0.1至100 µL以0.1 µL递增)
	处理的样品数	108 (1.5 µL样品瓶), 48 (4 mL样品瓶), 192 (96孔微量滴板), 192 (96孔深孔MTP板)
	控制瓶数	3 (10 mL瓶)
	样品瓶	1.5 mL玻璃瓶, 1.1 mL玻璃瓶, 4 mL玻璃瓶, 0.3 mL玻璃瓶 (含不锈钢套、隔片和架子)
	进样体积重现性	RSD ≤ 0.25% (10 µL进样时)
	交叉污染	小于 0.01% (指定分析条件下)
	进样体积准确度	± 1% (50 µL进样, n=10)
	重复进样次数	1-30次/样品
	分析时间设定	0.01分钟/单位量 (< 1000分钟), 0.1分钟/单位量 (> 1000分钟)
	样品表步数	最大 100步
	样品吸入速度	0.1-15 µL/sec (以 0.1 µL/sec 为单位增加)
	清洗吸入速度	可变 (1至35 µL/sec, 以 1 µL/sec 为单位增加)
	最大允许压力	35 MPa

