

PrepElite—GVS/GC-ECD 前处理并检测水果中的 8 种有机氯残留

北京莱伯泰科仪器有限公司

前言：在样品前处理过程中，往往包括很多步骤，并且步步相连。

LabTech 经过多年在样品前处理领域的大力开拓，大力推出有机分析

样品前处理整体

解决方案--全自

动样品前处理平

台，平台由三部分

组成（浓缩系统

-GPC 凝胶净化

系统-SPE 分离系

统），不但能满足

单一步骤的实验

需求，而且可以实现多个产品的在线联机，大大简化繁琐的样品前处

理流程，降低实验室工作量，提高工作效率，保证结果的平行性和准

确性，同时系统的密闭性及溶剂回收功能，也可保护操作人员免受有

毒有害物质的危害。广泛应用于环境、食品检测、农产品检测、生命

科学等领域。

蔬菜、水果是人们的生活必需品,其质量问题尤其是农药残留问



北京莱伯泰科仪器有限公司

地 址：北京空港工业区

电 话：010-80486450(总部)/64973119(市场)

传 真：010-80486354(总部)/64974268(市场)

题和人们的健康是息息相关的,有机氯农药会持久地影响生态环境及人体健康。同时,有机氯农药残留也制约和限制着我国蔬菜、水果的出口。因此,快速而准确地分析测定农产品中的有机氯农药残留水平就显得十分重要。已报道的测定方法大多存在前处理操作繁琐的缺点,需使用大量的有机溶剂,并且操作人员频繁地暴露在溶剂中对健康危害很大。

本实验使用丙酮对匀质水果进行提取,使用二氯甲烷液液萃取,并采用 PrepElite—GVS 全自动样品前处理平台进行 GPC 和 NH₂/Carb 复合固相萃取柱净化,最后使用附电子捕获检测器的气相色谱分析检测其中的 8 种有机氯残留。

1、实验部分:

1.1 仪器与试剂

AutoClean 全自动凝胶渗析色谱净化系统(莱伯泰科有限公司,美国波士顿)

Sepline 全自动固相萃取系统(莱伯泰科有限公司,美国波士顿)

Liqvap 全自动定量浓缩系统(北京莱伯泰科仪器有限公司,北京)

GC-7890, 附电子捕获检测器(ECD)(天美仪器有限公司,北京);

NH₂/Carb 固相萃取柱(LabTech, 1000 mg/6ml);

乙酸乙酯(AR. 北京试剂厂), 环己烷(AR. 北京试剂厂); 无水硫酸钠(AR. 北京试剂厂), 正己烷(AR. 北京试剂厂), 丙酮(AR. 北京试剂厂), 二氯甲烷(AR. 北京试剂厂)

1.2 标样和样品处理

北京莱伯泰科仪器有限公司

地址: 北京空港工业区

电话: 010-80486450(总部)/64973119(市场)

传真: 010-80486354(总部)/64974268(市场)

1.2.1 标准溶液的配置

50 μ g/ml 有机氯混标: α -六六六, β -六六六, γ -六六六, δ -六六六, P.P-DDT, O.P-DDT, P.P-DDE, P.P-DDD。(GBW (E) 060133,2ml/瓶, 基体—甲苯: 甲醇 (1:4))

有机氯标准贮备液: 把 50 μ g/ml 有机氯母液用正己烷稀释到 200 ng/ml.

1.2.2 样品配置

取有代表性的苹果, 去除果核, 匀质混匀。

1.2.3 样品提取方法

称取样品 5.0 g (精确至 0.01 g), 置于 50 ml 离心管, 加入 20ml 丙酮提取液, 震荡提取 10 min, 加无水硫酸钠除水, 过滤纸, 收集滤液。加入 20 ml 丙酮重复提取一次。收集液氮吹浓缩至约 1~2 ml, 用 10 ml 二氯甲烷液液萃取, 重复提取, 氮气吹近干, 乙酸乙酯: 环己烷 (1:1) 定容, 供 GVS 净化。

1.2.3 样品净化方法

在 PrepElite—GVS 全自动样品前处理平台软件上编制有机氯的净化方法, 如下图所示。

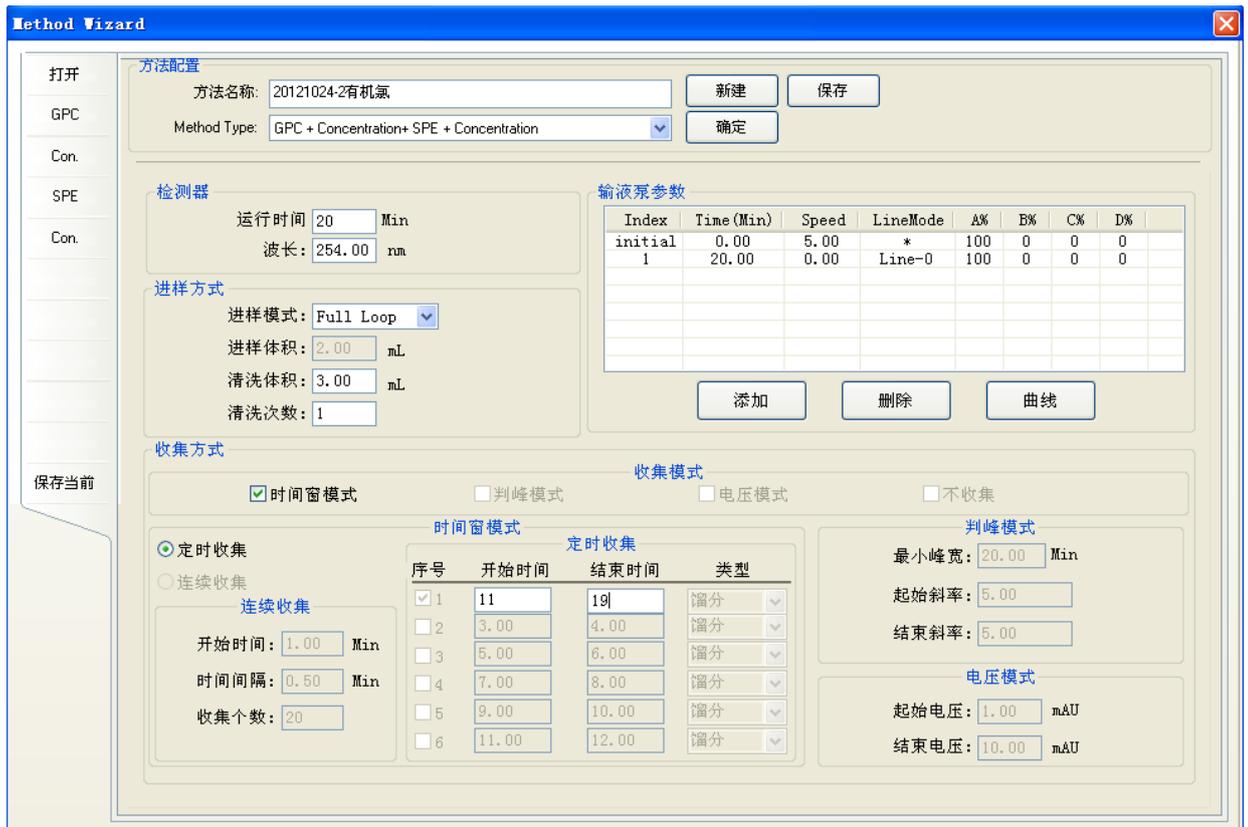


图1. 1.2.3提取液进GPC净化，GPC参数设置如图（GPC为2ml定量环）

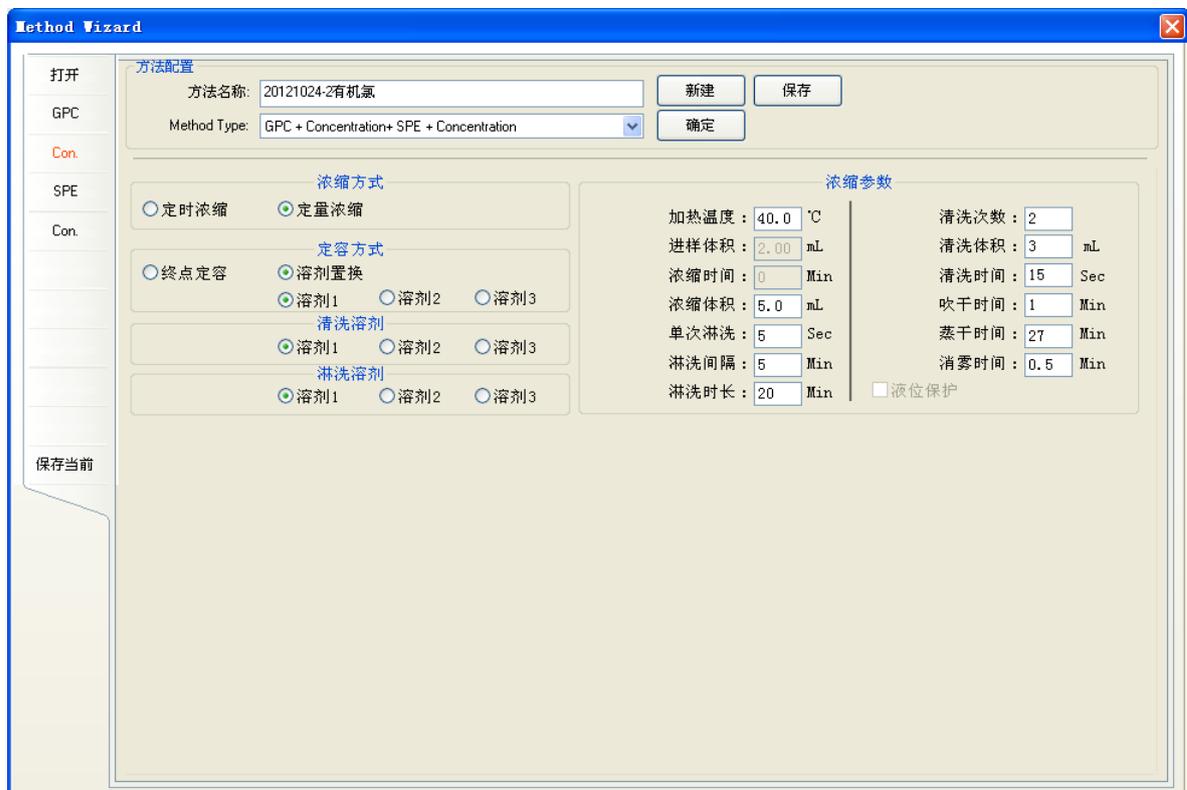


图2 GPC馏分收集液在Liqvap定量浓缩近干并用正己烷置换



图3. SPE净化 (NH₂/Carb固相萃取柱活化、上样、洗脱、氮气吹干)

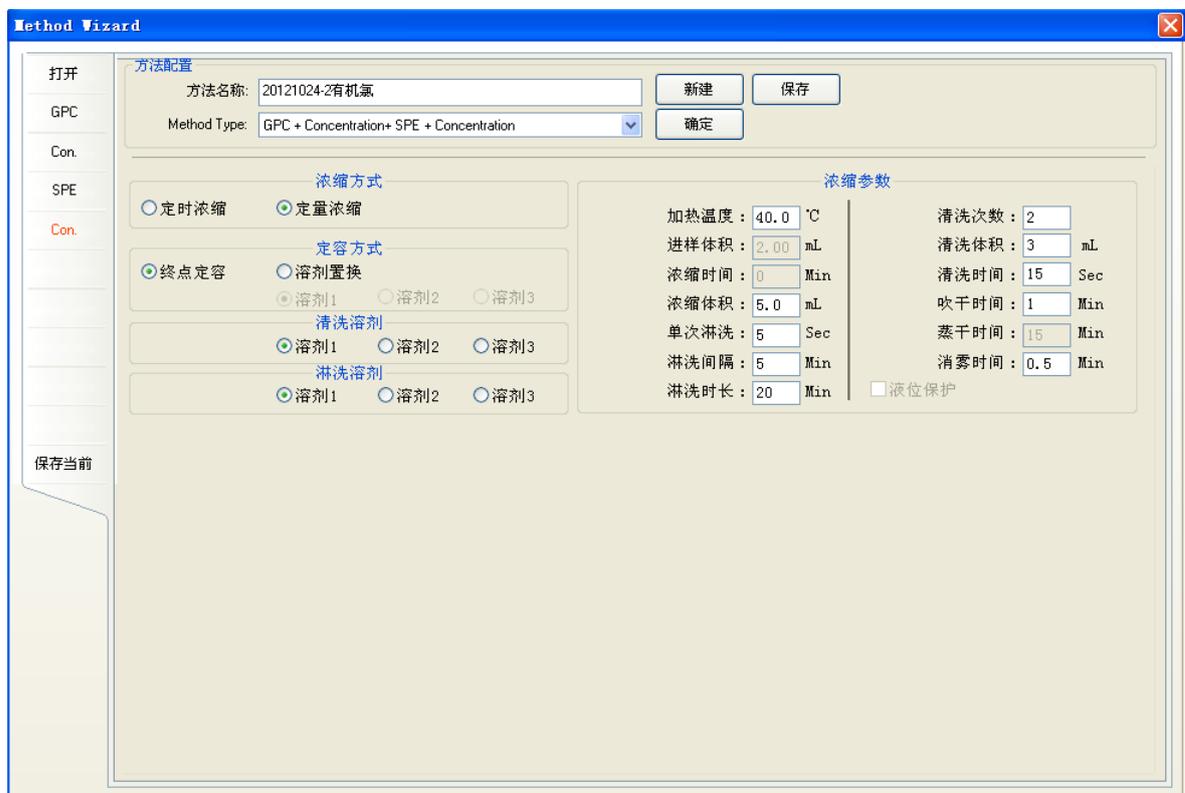


图4. SPE收集液在Liavap定量浓缩, 进GC检测

北京莱伯泰科仪器有限公司

地址: 北京空港工业区

电话: 010-80486450(总部)/64973119(市场)

传真: 010-80486354(总部)/64974268(市场)

1.3 气相色谱的条件

检测器温度：280℃；进样口温度：220℃

色谱柱升温程序：180 °C（4 min），以 5℃/min 升到 220℃，
保持 6min。

进样量：2 μ l。

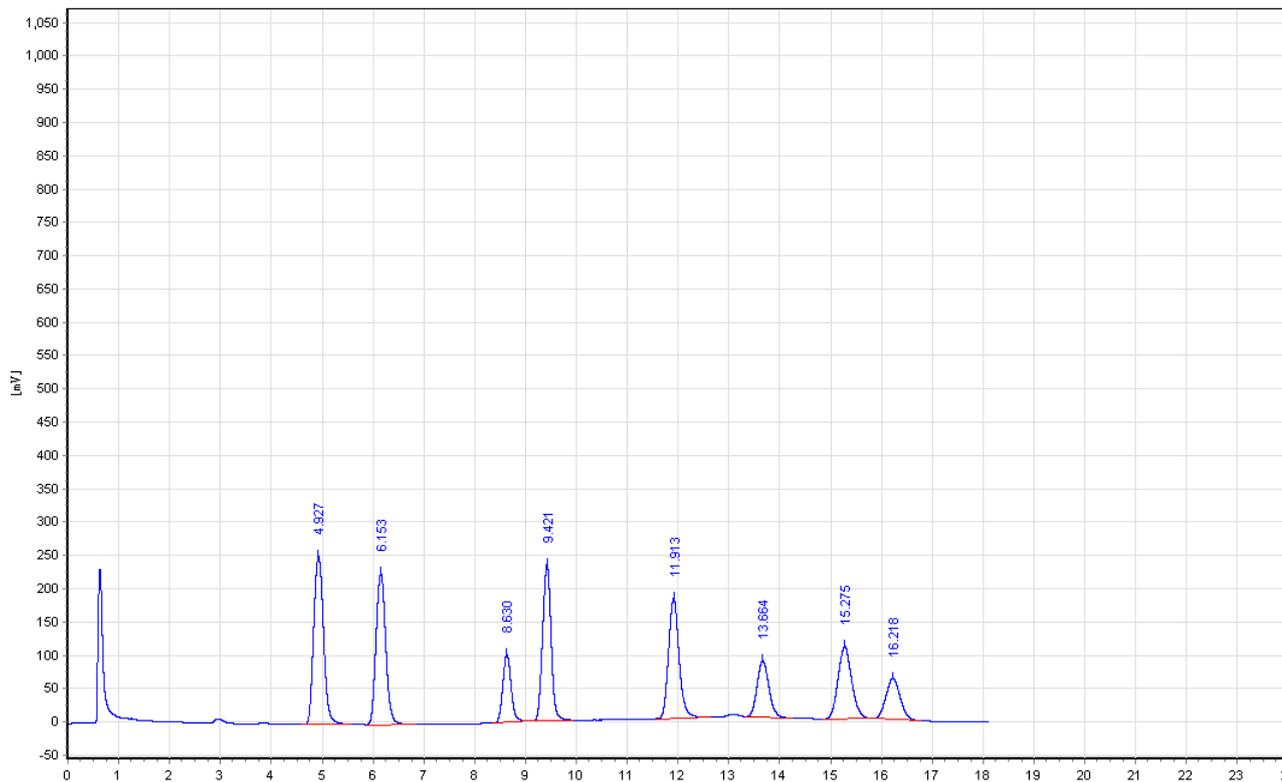


图5. 有机氯标液（200 ppb）GVS净化后的气相色谱图

2、结果与讨论

2.1 苹果样品中有机氯加标进 GVS 的回收率及 RSD

采用加标样品（加标浓度为 0.2 mg/kg），经提取、GVS 净化处理，并用气相色谱分析，计算加标回收率及相对标准偏差。

表 1 苹果样品中加标进 GVS 的回收率及 RSD (n = 5)

峰序	保留时间 (min)	GVS-1	GVS-2	GVS-3	GVS-4	GVS-5	RSD(%)
α -六六六	4.952	70.80%	71.20%	69.50%	75.00%	66.80%	4.2
β -六六六	6.18	78.20%	85.00%	75.60%	85.40%	76.50%	5.9
γ -六六六	8.663	80%	78%	70%	78.90%	70%	6.6
δ -六六六	9.451	77.70%	83.80%	77.50%	91.50%	78.50%	7.3
P.P-DDT	11.928	97.70%	98.80%	98.30%	97.10%	98.20%	0.7
O.P-DDT	13.688	82.30%	95.80%	91.10%	79.50%	89.00%	7.6
P.P-DDE	15.308	120.20%	119.80%	113.60%	108.40%	113.30%	4.3
P.P-DDD	16.269	86.20%	92.00%	83.60%	85.10%	91.20%	4.3

3、结论:

本方法对水果（苹果）样品提取，并采用 PrepElite—GVS（浓缩系统-GPC 凝胶净化系统-SPE 分离系统）全自动样品前处理平台进行 GPC 和 NH₂/Carb 复合固相萃取柱净化，并采用气相色谱分析检测其中的 8 种有机氯残留，8 种有机氯的回收率均在 65%~120% 之间，RSD 均小于 8%。实验过程自动化程度高，操作简单，结果显示数据理想，可用于常规的蔬菜、水果中有机氯农药残留的检测。

参考文献: [1] GBT 5009.146-200 植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留量的测定

[2] DB34T 1075-2009 蔬菜、水果、粮食、茶叶中 30 种有机氯和拟除虫菊酯类农药多残留同时测定方法—气相色谱法

撰稿人： 刘荣园

北京莱伯泰科仪器有限公司

地 址：北京空港工业区

电 话：010-80486450(总部)/64973119(市场)

传 真：010-80486354(总部)/64974268(市场)