

血液中有有机磷农药的测定

摘要

莱伯泰科 Astation 自动多功能样品制备进样平台不仅有在线微固相萃取 (μ SPE) 功能, 而且可以将 μ SPE 与分析仪器联用, 实现从固相萃取到 GC/MS 进样的全过程自动化, 大大提高了每天处理样品的数量。本文参考血液样品中有机磷的常规 SPE-GC/MS 检测方法, 使用莱伯泰科 Astation 的在线 μ SPE 进行血液前处理, 并用 GC/MS 进行检测, 方法中检测的 26 种有机磷回收率为 72.4%~111.0%, RSD 为 2.1%~7.5%, 符合血液中有有机磷检测的要求。

关键词:

血液; 有机磷; 多功能进样平台; 微固相萃取

1. 仪器设备

Astation 全自动多功能样品制备进样平台, 莱伯泰科

气质联用仪: 7890B-5977B 气质联用仪, 安捷伦



2. 前处理过程

2.1 样品预处理

取 1mL 血液样品, 加入 5mL 0.1mol/L pH=6.0 的磷酸盐缓冲液, 摇匀后, 8000r/min 离心 30min, 取上清液按照 2.3、2.4 的步骤继续处理。

2.2 加标样品

取 1mL 血液样品, 加入 300 μ L, 1 μ g/mL 26 种有机磷混标工作液, 再按 2.1 步骤进行样品预处理, 取上清液作为加标样品进行后续处理。血液样品的加标浓度为 0.3 μ g/mL。

2.3 在线 μ SPE 过程

按照图 1 所示的方法过程，结合 2.3 的气质条件对 2.1 及 2.2 的上清液进行在线 μ SPE 净化 -GC/MS 检测。

Task	Description
1 CleanSyringe	PreClean the syringe with Standard Wash 1_MeOH
2 ITSPPrep_PAL3	Condition the ITSP cartridge with conditioning solvent 1_MeOH
3 ITSPPrep_PAL3	Condition the ITSP cartridge with conditioning solvent 2_H2O
4 ITSPPrep_PAL3	Load sample onto the ITSP cartridge
5 ITSPPrep_PAL3	Wash the ITSP cartridge with wash solvent 1_pH6.0 LSHCY
6 ITSPPrep_PAL3	Wash the ITSP cartridge with wash solvent 2_H2O
7 ITSPBlowOut_PAL3	Blow Out the ITSP cartridge
8 CleanSyringe	Clean the syringe with Wash1_MeOH
9 CleanSyringe	Clean the syringe with Wash1_MeCl2
10 ITSPElute_PAL3	Elute the sample from the ITSP cartridge to the eluate tray
11 ITSPBlowOut_PAL3	Blow Out the ITSP cartridge
12 CleanSyringe	Clean the syringe with Wash1_MeOH
13 WaitForStartSignal	Wait for GC to become ready
14 CleanSyringe	PreClean the syringe with Wash1_MeOH
15 Repeat	*Optional syringe sample clean
16 Transfer	Syringe sample clean
17 RepeatEnd	*Optional syringe sample clean
18 Injection	Get sample and inject
19 CleanSyringe	Post Clean the syringe with Wash1_MeOH
20 MoveToHome	

图 1 在线 μ SPE 方法

3. 仪器条件

色谱柱：HP-5ms 30m*0.25mm*0.25 μ m；

扫描模式：选择离子扫描（SIM）。

4. 测试结果

4.1 26 种有机磷混标 SIM 色谱图

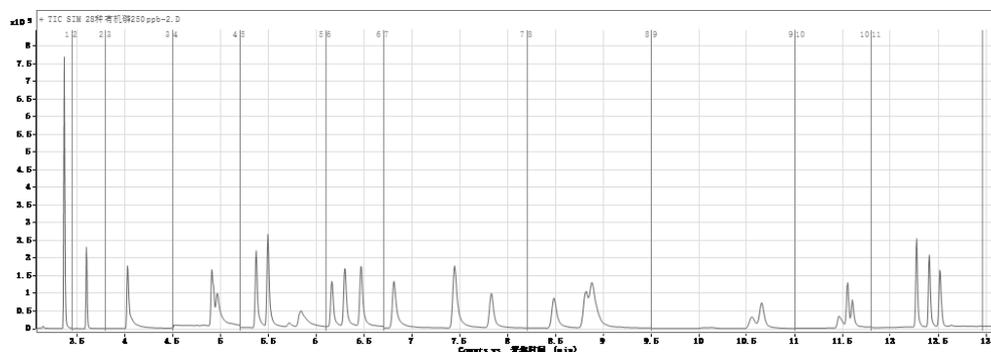


图 2 26 种有机磷混标 SIM 色谱图

4.2 空白样品色谱图

图 3 为空白样品色谱图，空白样品在 26 种有机磷标样处均无检出。

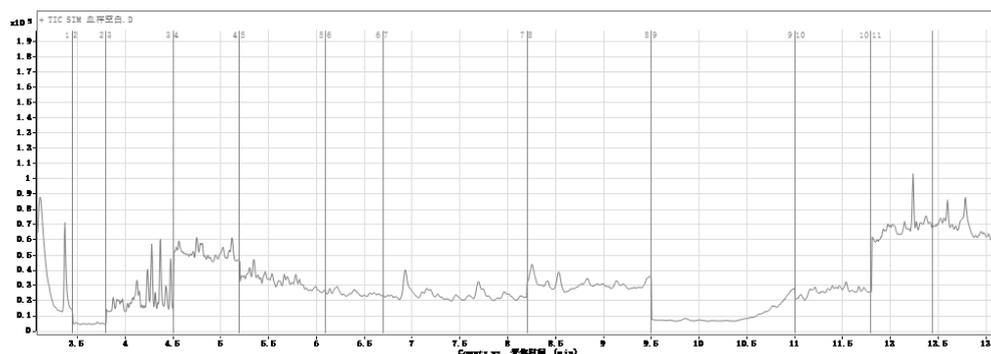


图 3 空白样品色谱图

4.3 加标样品色谱图

图 4 为加标样品的色谱图。

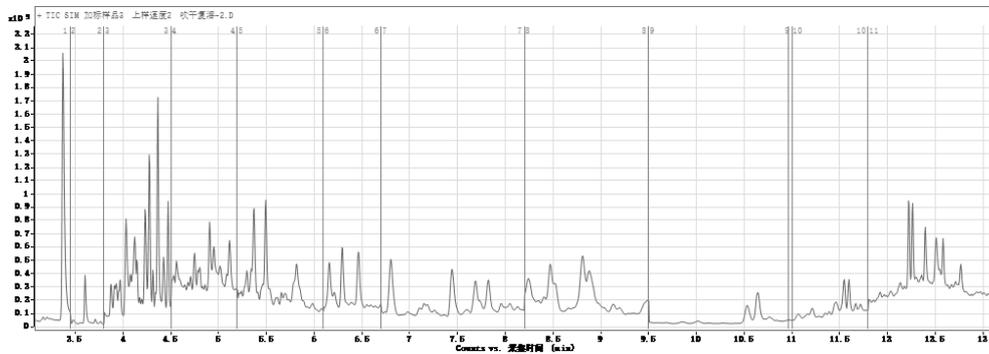


图 4 加标样品色谱图

4.4 加标回收率

经过测试 6 个加标样品，得到 26 种有机磷的加标回收率范围在 72.4%~111.0%，RSD 范围在 2.1%~7.5%。

5. 结论

本方法采用在线 μ SPE-GC/MS 方法检测血液中的 26 种有机磷，回收率为 72.4%~111.0%，RSD 为 2.1%~7.5%，符合血液中有有机磷检测的要求。

6. 方案特点

本文将血液有机磷常规 SPE-GC/MS 检测的方法，转移至莱伯泰科 Astation 自动多功能样品制备进样平台，实现了血液样品的在线全自动 μ SPE 处理，并且与 GC/MS 联用，实现了样品从固相萃取到 GC/MS 进样全过程的自动化，大大提高了日处理样品数量。

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
邮编: 101312
电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
传真: 010-80486354
www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号

表4 土臭素和2-甲基异莰醇加标回收率结果(自来水)

序号	化合物名称	加标浓度 ng/L	回收率 (%)						均值 %	RSD %
			1	2	3	4	5	6		
1	2- 甲基异莰醇	5	78.8	72.2	73.0	73.4	78.4	66.8	73.8	6.0
		10	76.2	72.4	71.2	72.2	71.1	70.7	72.3	2.8
		20	103.5	95.8	94.5	95.9	100.1	97.6	97.9	3.4
2	土臭素	5	97.2	87.0	92.8	91.8	94.4	85.6	91.5	4.8
		10	79.0	90.4	80.9	81.3	86.4	93.2	85.2	6.7
		20	98.9	93.9	102.6	96.5	102.4	96.1	98.4	3.6

4. 结果与讨论

本方法以莱伯泰科全自动多功能样品制备进样平台 Astation 为基础, 通过固相微萃取 SPME Fiber 对水中的土臭素和 2- 甲基异莰醇进行定量萃取, 经气质分析得到两种物质的线性数据和加标回收率, 线性系数分别为 0.9997 和 0.9984, 加标回收率结果为纯水中土臭素 (20ng/L) 98.3% ~ 104.6%、2- 甲基异莰醇 101.0% ~ 107.6%, RSD 分别为 2.6% 和 2.5%; 自来水中土臭素 (20ng/L) 93.9% ~ 102.6%、2- 甲基异莰醇 94.5% ~ 103.5%, RSD 分别为 3.6% 和 3.4%。

低浓度加标重复性测试结果为: 5ng/L 纯水中土臭素和 2- 甲基异莰醇 RSD 分别为 8.9% 和 9.7%, 自来水中分别为 4.8% 和 6.0%; 10ng/L 纯水中土臭素和 2- 甲基异莰醇 RSD 分别为 7.0% 和 6.8%, 自来水中分别为 6.7% 和 2.8%; 本实验针对 5ng/L 标准混合水溶液进行多次重复测定 (n=7), 计算得到本方法中 2- 甲基异莰醇和土臭素的检出限分别为 1.40ng/L 和 1.32ng/L。

5. 方案特点

本实验中采用的固相微萃取方法简便、快速, 可以实现水中有土臭素和 2- 甲基异莰醇的萃取及在线分析的全自动操作, 适用于水中痕量臭味物质的检测分析。

参考文献: GB/T 32470-2016 生活饮用水臭味物质 土臭素和 2- 甲基异莰醇检验方法

售后服务热线

400-070-8778

北京莱伯泰科仪器股份有限公司
 地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号
 邮编: 101312
 电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4
 传真: 010-80486354
 www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号