

水果蔬菜中有机氯农药的测定

摘要

本方案参考标准“GB 23200.8-2016 食品安全国家标准 水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱 - 质谱法”来进行相关实验的分析。使用了莱伯泰科 SPE1000 全自动固相萃取系统提取黄瓜中的 22 种有机氯，M64 高通量平行浓缩仪浓缩后气相色谱仪进行检测的一整套方法。

该方案可以实现自动化、高通量的固相萃取和浓缩，有效避免和减少有机试剂对分析人员造成的健康危害，减少人员用量、减少人为误差，提高实验效率。检测结果证明使用莱伯泰科的固相萃取系统，和高通量平行浓缩仪浓缩，方法准确性好、精密度高、可以实现高通量自动化的检测。

关键词:

蔬菜水果；固相萃取；浓缩；有机氯；GB 23200.8-2016

1. 仪器设备

SPE 1000 全自动固相萃取系统，莱伯泰科；

M64 高通量平行浓缩仪，莱伯泰科；

7890B 气相色谱仪（配备 ECD），安捷伦。



2. 样品前处理

将黄瓜打碎，称取 20g 试样（精确至 0.01g）于 100mL 离心管中，加入 40mL 乙腈，用均质器在 15000 r/min 匀浆提取 1min，加入 5g 氯化钠，再匀浆提取 1min，将离心管放入离心机，在 4200 r/min 离心 5min，取上清液 20mL（相当于 10g 试样量），待净化。

(1) 将样品放入 SPE1000 样品架上，并装上 C18 固相萃取柱按表 1 方法进行第一步净化，用 60mL 收集管收集；

(2) 将（1）中收集管取出放入 M64 中氮吹浓缩至 2mL 后，取出收集管放入 SPE1000 上样架上，并装上填有无水硫酸钠的 CARB/NH₂ 固相萃取柱，按表 2 方法进行第二步净化，用 60mL 收集管收集；

(3) 将（2）中收集管取出放入 M64 中氮吹浓缩至近干后用丙酮正己烷（1/1）定容到 1mL，待检测。

表 1 固相萃取方法 (C18 柱, 保留干扰物模式)

序号	步骤	溶剂	体积 /mL	流速 (mL/min)	干燥时间 /s
1	活化	乙腈	5	3	10
2	洗针	乙腈	/	/	/
3	上样	/	20	3	30
4	洗针	乙腈	/	/	5
5	清洗样品瓶	乙腈	4	3	30
6	清洗样品瓶	乙腈	4	3	30
7	淋洗	乙腈	7	3	30

表 2 固相萃取方法 (CARB/NH2 柱, 保留干扰物模式)

序号	步骤	溶剂	体积 /mL	流速 (mL/min)	干燥时间 /s
1	活化	乙腈甲苯 (3: 1)	4	3	0
2	洗针	乙腈	/	/	/
3	上样	/	2	3	30
4	洗针	乙腈	/	/	5
5	清洗样品瓶	乙腈甲苯 (3: 1)	4	3	30
6	清洗样品瓶	乙腈甲苯 (3: 1)	4	3	30
7	清洗样品瓶	乙腈甲苯 (3: 1)	4	3	30
8	淋洗	乙腈甲苯 (3: 1)	8	3	30

3. 仪器条件

色谱柱: HP-5, 250 μ m*0.25 μ m*30m。

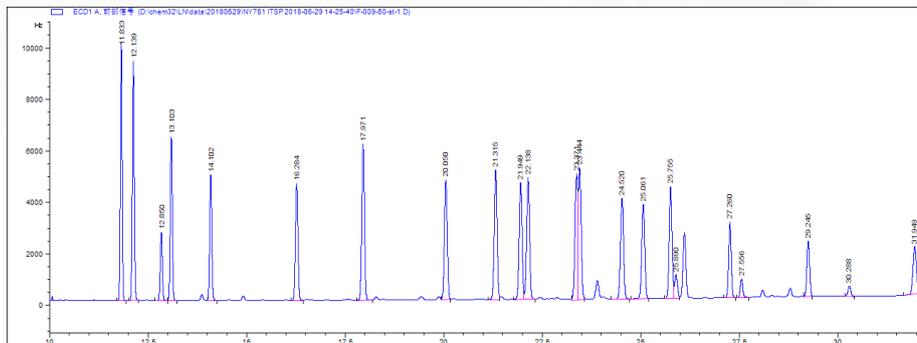


图 1 22 种有机氯标样的色谱图

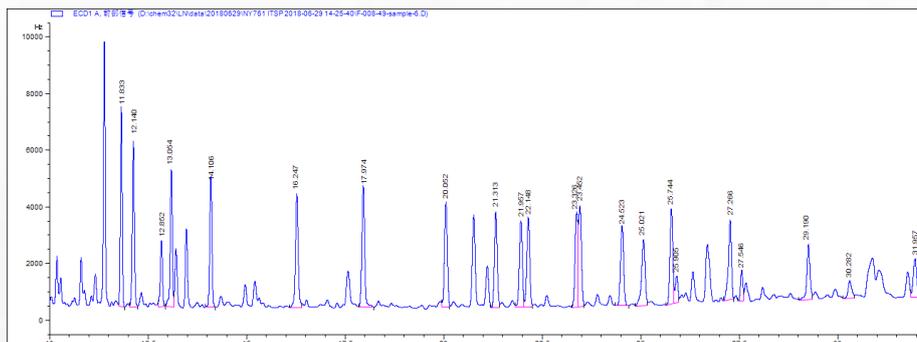


图 2 样品加标色谱图

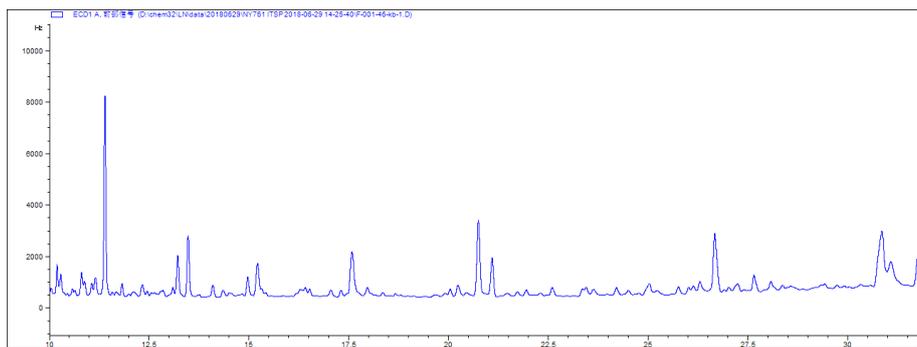


图3 样品空白色谱图

4. 结论

通过莱伯泰科 SPE 1000 全自动固相萃取系统萃取及 M64 高通量平行浓缩仪浓缩，进行蔬果中有机氯农药的前处理，经 GC 分析，样品的加标回收率在 66.3~90.2%，RSD 在 2.9~9.1%。

5. 方案特点

本方法在固相萃取和浓缩过程中，上样管、收集管和浓缩管通用，不需要液体转移，减少损失，便于操作，说明 SPE1000 与 M64 联用适用于蔬菜水果中有机氯的检测，操作过程简便并且在回收率和平行性上表现良好。

参考标准：GB 23200.8-2016 食品安全国家标准 水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法

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