

SPE/GC-ECD 检测番茄中有机氯农药残留

北京莱伯泰科仪器有限公司

有机氯农药(Organochlorine Pesticides)是一种广谱、高效、廉价的农药，曾在世界范围内广泛使用。但是，有机氯农药稳定性好，且容易在食物链中蓄积，最终进入人体并对人体产生慢性毒害。由于此类农药的理化性质稳定，半衰期较长，容易形成残留，因此有机氯农药超标现象时有发生。本文参照 NY761-2008 采用固相萃取对番茄样品进行前处理，采用 GC-ECD 进行检测，建立了一套番茄中有机氯农药残留的检测方法，操作方便，回收率较好。

1、实验部分：

1.1 仪器与试剂

Sepline-4 全自动固相萃取系统（莱伯泰科有限公司，美国波士顿）

GC-ECD

漩涡混合器

氮吹仪

匀浆机

乙腈（色谱纯，Fischer 公司）

丙酮（AR. 北京化学试剂厂 重蒸后使用）

正己烷（AR. 北京化学试剂厂 重蒸后使用）

氯化钠（AR. 北京化学试剂厂 140℃烘烤 4h）

固相萃取柱（Labtech Florisil 1000mg/6mL）

1.2 样品处理

1.2.1 试样制备

按照 GB/T 8855 提取番茄样品，经缩分后，将其切碎，充分混匀放入食品加工机粉碎，制成待测样品。放入分装容器中，于-20℃~-16℃条件下保存，备用。

1.2.2 提取

准确称取 25.0g 处理好的番茄试样放入匀浆机中，加入 50.0ml 乙腈，在匀浆机中高速匀浆 2min 后用滤纸过滤，滤液收集到装有 5~7g 氯化钠的 100ml 具塞量筒中，收集滤液 40ml~50ml，盖上盖子，震荡 1min，在室温下静至 30 分钟，使乙腈相和水相分层。

1.2.3 净化

在 100ml 具塞量筒中吸取 10ml 乙腈溶液，在氮吹仪上，在 80℃下吹至进干，加入 2.0ml 正己烷，待净化。

采用 LabTech Sepline-4 全自动固相萃取系统进行固相萃取净化操作。

A、将 Florisil 固相萃取柱放在 Sepline-4 全自动固相萃取系统的 SPE 柱支架上。

B、溶剂管路 1 放入装有丙酮：正己烷=10:90 溶剂的溶剂瓶内，并对管路进行填充。

C、在 Sepline-4 全自动固相萃取系统 PC 控制软件的方法设置界面设置固相萃取方法如下：

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)



图 1 SPE 方法设置界面

D、将待净化样品放在样品瓶内，并放置在相应的样品加上。

E、编辑运行批表，开始样品净化操作。

将收集到的净化后样品放在氮吹仪上，在 50℃下氮吹蒸发至小于 5.0ml，用正己烷定容至 5.0ml，在漩涡混合器上混匀，待分析。

1.3 检测仪器的检测条件

1.3.1 色谱条件

气相：GC-ECD

色谱柱：TM-Pesticide 1 30m×0.53mm×1.0um

柱温程序：150℃保持 2 分钟，以 6℃/min 的速度升温至 270℃，然后保持 8min

进样口温度：200℃

检测器温度：320℃

分流比：不分流

进样量：1 uL

在上述色谱条件下，得到色谱图如下：

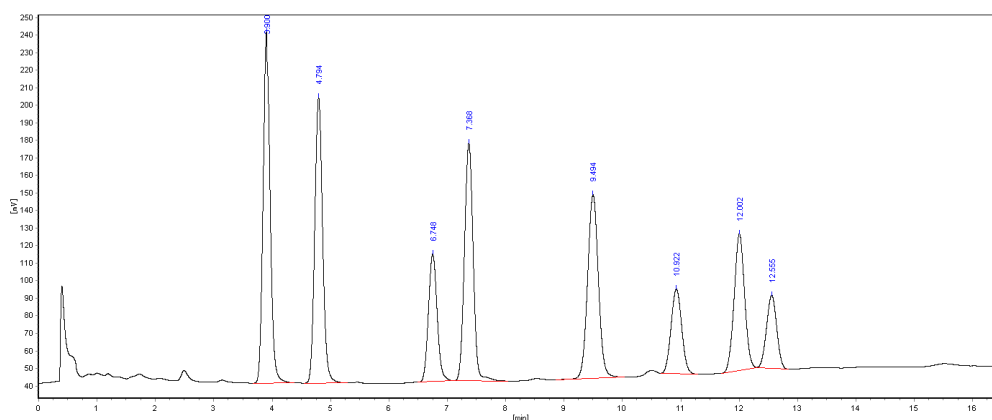


图 2 8 种有机氯农药的 GC-ECD 色谱图

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)

2、 结果与讨论:

2.1 标准曲线和检测限

2.1.1 标准曲线

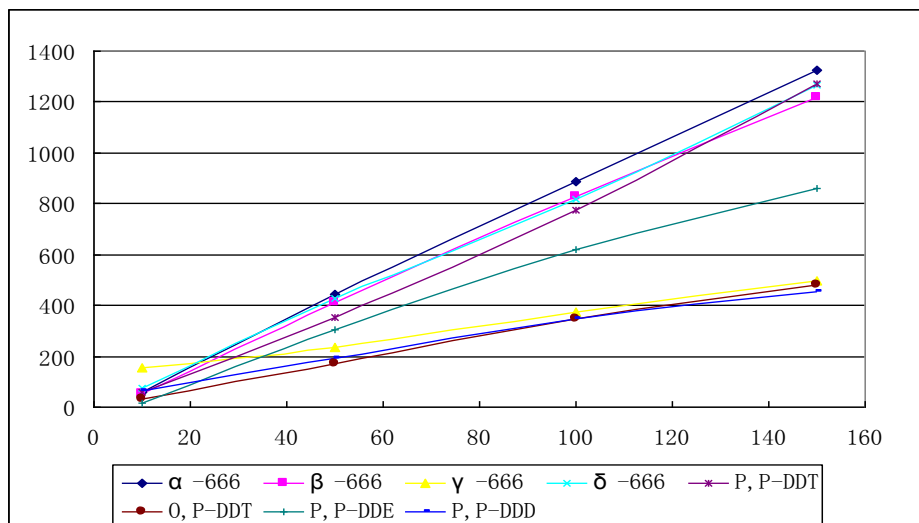


图 3 8 种有机氯回归曲线

以进样浓度为横坐标(X), 峰面积为纵坐标(Y) 计算标准曲线回归方程和线性范围。在 10ppb-150ppb 范围内具有良好的线性, 线性方程分别为: α -666: $y = 9.0287x - 21.465$, $R^2 = 0.9996$; β -666: $y = 8.3155x - 15.119$, $R^2 = 0.9993$; γ -666: $y = 2.4953x + 120.71$, $R^2 = 0.9965$; δ -666: $y = 8.4382x - 8.4691$, $R^2 = 0.9994$; P,P-DDT: $y = 8.655x - 57.722$, $R^2 = 0.9958$; O,P-DDT: $y = 3.2334x + 7.0878$, $R^2 = 0.996$; P,P-DDE: $y = 6.0085x - 14.612$, $R^2 = 0.9922$; P,P-DDD: $y = 2.8035x + 46.326$, $R^2 = 0.9903$ 。

2.2 加标回收率精密度

2.2.1 加标回收率

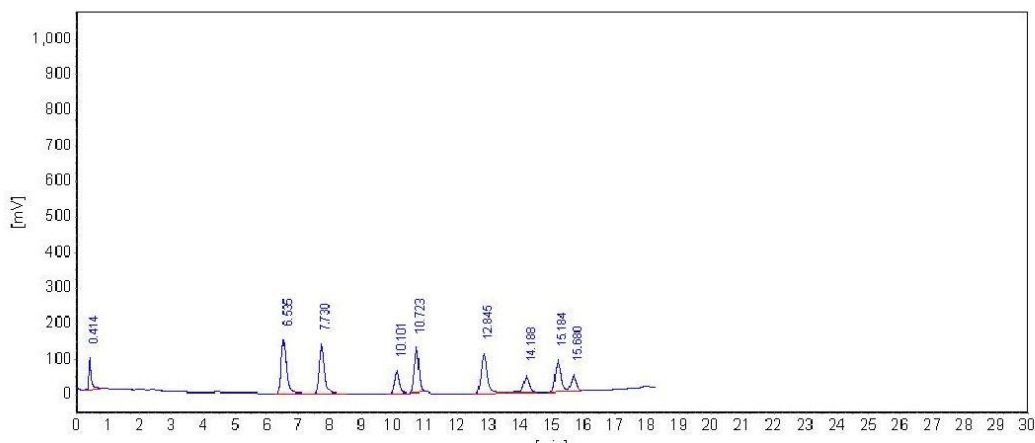


图 4 番茄样品 8 种有机氯农药标准加入 GC-ECD 色谱图

采用添加回收实验来考查方法准确度,测定食品中有机氯农药加标回收实验结果见表 1。

表 1 番茄样品 8 种有机氯农药不同水平标准添加的回收率

序号	类别	添加量 (mg/kg)	测得量 (mg/kg)	回收率 (%)
1	α -666	200	214.5769	107.28844
			220.1411	110.07054
			202.5073	101.25363
2	β -666	200	209.8697	104.93483
			224.5188	112.25939
			208.3889	104.19445
3	γ -666	200	139.8292	69.914583
			199.7434	99.871691
			191.1506	95.575279
4	δ -666	200	170.4279	85.21396
			227.6561	113.82803
			218.767	109.38348
5	P,P-DDT	200	231.3974	115.69872
			216.0605	108.03026
			211.9656	105.9828
6	O,P-DDT	200	205.7821	102.89103
			188.6314	94.315712
			174.4052	87.202614
7	P,P-DDE	200	248.6563	124.32814
			236.3192	118.15961
			224.5622	112.28108
8	P,P-DDD	200	228.6886	114.34431
			212.6956	106.3478
			196.5573	98.278629

2.2.2 精密度

采用加标样品,经 SPE 处理,并用 HPLC 分析,连续分析 3 次,以峰面积计算精密度如下表:

表 2 番茄样品 8 种有机氯农药标准添加的精密度

	α -666	β -666	γ -666	δ -666	P,P-DDT	O,P-DDT	P,P-DDE	P,P-DDD
1	2470.931	2156.587	743.78	1559.545	1920.608	834.472	1441.32	936.345
2	2535.005	2307.119	1062.476	2083.226	1793.311	764.924	1369.809	870.863
3	2331.945	2141.371	1016.769	2001.884	1759.323	707.235	1301.66	804.786
RSD (%)	4.24	4.16	18.31	14.98	4.66	8.29	5.09	7.56

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)

3、 结论:

本文建立了固相萃取净化/GC-ECD 测定番茄样品中有机氯农药残留的分析方法。回收率 80.19%-91.98% 之间,精密度<7.7%。实验结果表明,该方法准确可靠,操作方便。

参考文献

[1] NY/T761-2008 蔬菜和水果中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和氨基甲酸酯类农药多残留的测定

撰稿人: 马忠强 宋博

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)