湖水中的农残的检测

北京莱伯泰科仪器股份有限公司

1.前言

当今的世界，人们在享受科学发展和社会进步带来前所未有的光明的同时，也在承受在追求发展过程中对自身生存环境破坏所带来的惩罚。工业化过程对我们赖以生存的地球造成的破坏和污染已是众所周知，食品安全、环境污染已经严重地影响人们的身体健康。

一个样品分析过程，包括样品的采集、分析前的样品处理、分析、数据处理及结果报告。在这个过程中，样品前处理是最繁琐、最花时间的步骤。据统计，人们经常将 60%的时间花费在样品前处理上，如图 1，而且实验结果误差 30%来自样品前处理工作如图 2，所以选择合适的前处理仪器是必要的，避免人工误差，提高工作效率。

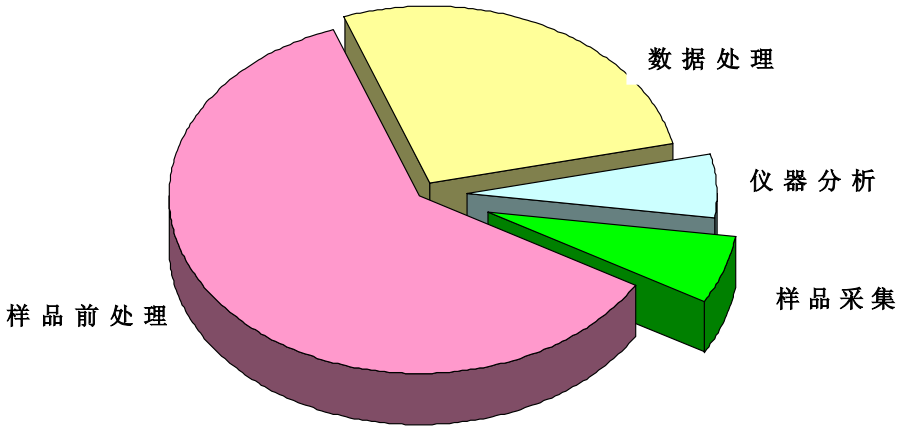


图 1 样品测试个步骤所占时间比例

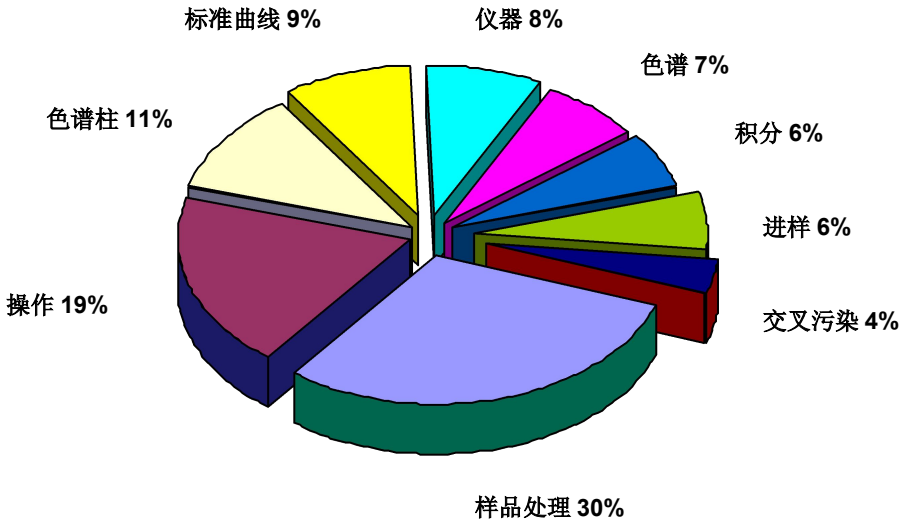


图 2 数据结果过程的误差来源

作为一项前处理技术，固相萃取（Solid Phase Extraction，简称 SPE）技术已经得到广泛应用，随着

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)

经济快速发展，越来越多的行业工作者开始学习和使用全自动固相萃取仪来提高工作效率，因此近些年不断涌出新的固相萃取仪生产商，同时也给固相萃取仪的生产提出了更高的要求。

多年来莱伯泰科仪器股份有限公司一直专注于样品前处理的生产与研究，为此一款快速高效大体积固相萃取仪器 SEPEX 应运而生。

2.仪器技术特点

2.1、模块化设计，可升级同时 1~12 通道同时使用

2.2、可调流速准确控制，单通道大体积上样流速最高可达 200mL/min

2.3、倒扣式上样，快拆式上样阀，无耗材

2.4、支持 8 种溶剂，都可作为预活化液或洗脱液

2.5、具有预过滤功能，可直接做脏污水样

2.6、膜式萃取，效率高，也可支持萃取小柱

2.7、具有在线脱水功能

2.8、中英文软件，内置 EPA 标准方法，也可用户自行编辑

2.9、方便移动，可在野外环境现场处理

3.实验部分

检测的样品处理，快速检测地表水中多菌灵、甲萘威和阿特拉津。

3.1 样品采集

采样地表湖水，取深度为水面下 20～40 厘米。将洗净的玻璃瓶取水至 1L，拧紧瓶盖。

水样带回实验室无需转移样品，直接将 SEPEX 上样适配器旋紧于样品瓶上密封，安装在仪器上，如图 3。

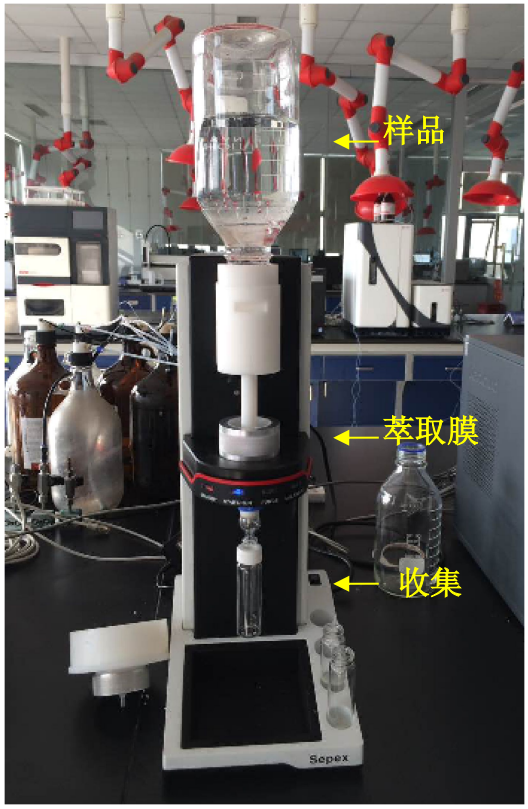


图 3 全自动快速固相萃取仪

3.2 加标样品处理及净化

样品中多菌灵、甲萘威和阿特拉津加标后浓度为 5ng/mL、3ng/mL 和 1ng/mL。

固相萃取膜片（47mm，Labtech C18）

固相萃取样品净化步骤：

活化：甲醇 10mL，浸泡 2min，水 10mL，浸泡 1min；

上样：1000mL 水样品，速度 100mL/min；

洗脱：甲醇 10mL，浸泡 2min，干燥 30 秒，重复两次。

收集 20mL 洗脱液浓缩至近干，定容至 1mL，待分析。

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)

3.3 液相色谱分析

色谱柱：Labtech C18（250 mm×4.6 mm，5 μm）

流速：1.0 mL/min

紫外检测波长：225 nm

进样量：20 μL

柱温：25℃

流动相：甲醇/水　体积比 6：4

3.4 色谱图

对比色谱图标和回收样品 3 组重复性谱图叠加结果，如图 4 和表 1

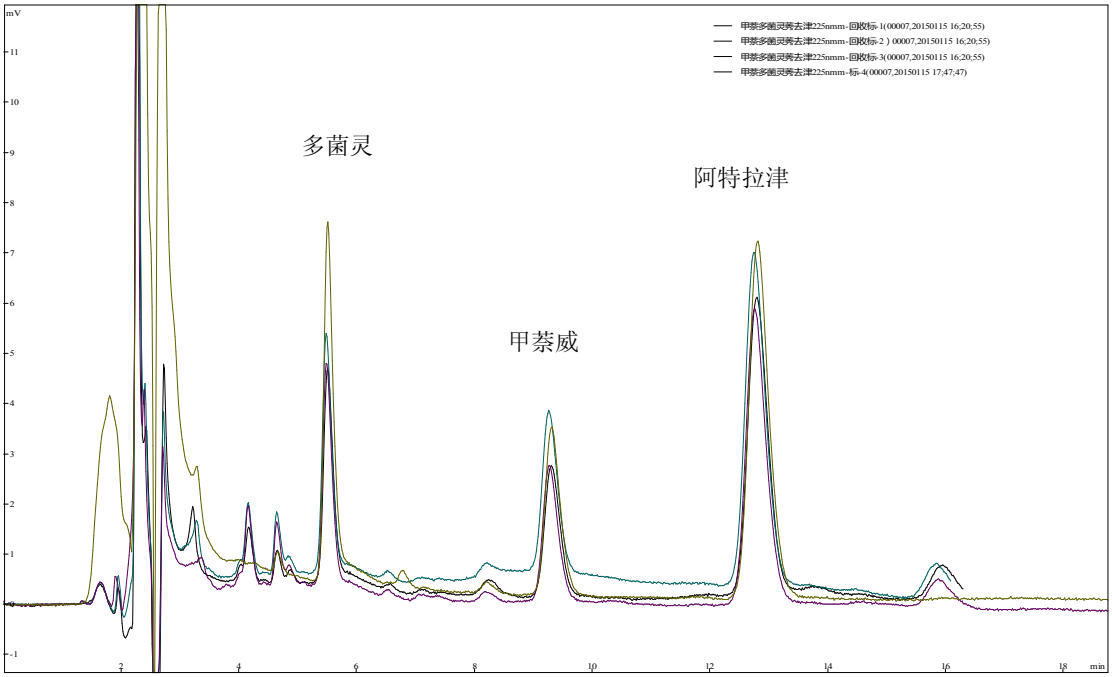


图 4 标和回收样品谱图叠加

回收率（%）	多菌灵	甲萘威	阿特拉津
1	75	87	99
2	72	85	97
3	79	86	100

表 1 3 组回收实验数据结果

以上实验 1000mL 样品上样仅需 10min，固相萃取流程不超过 20min，快速高效。

3.5 地表水中有机氯检测

样品采集同 3.1.

取 1L 样品加入 10ml 甲醇，取 10mg/ml 有机氯混标 50uL 加入到样品中。

固相萃取膜片（47mm，Labtech CPI-12HF）

样品净化

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)

活化：二氯甲烷 10mL，浸泡 2min，甲醇 10mL，浸泡 2min，水 10mL；

上样：1000mL 水样品，速度 20mL/min；

洗脱：二氯甲烷 10mL 重复两次

收集洗脱液浓缩至近干，定容至 1mL，待分析。

3.7 气相色谱仪器的检测条件

气相色谱条件

色谱柱：TM-pesticide-1　30m*0.53mm*1.0um

柱温程序 150℃保持 1min，以 15℃/min 升高到 230℃

进样口温度：260℃

检测器：ECD

检测器温度：300℃

分流比：20%

进样量：1 uL

3.8 气相色谱图

标和样品回收谱图对比，如图 5。18 种有机氯回收率 75~102 之间。

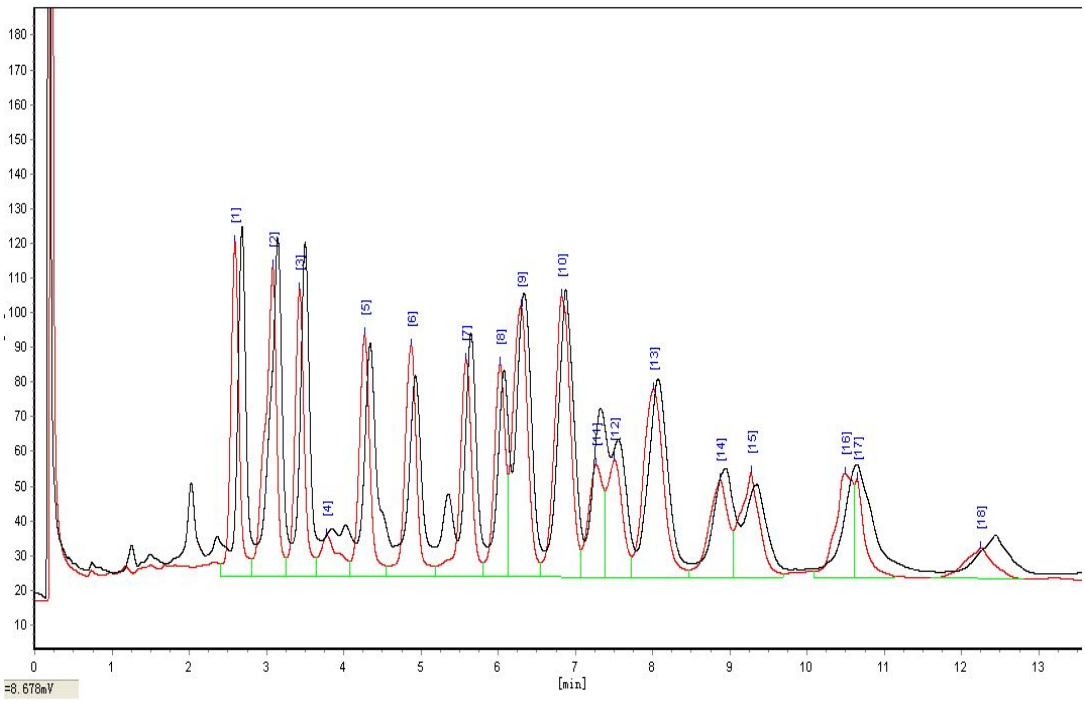


图 5 标样和样品回收谱图对比

3.9 有机氯混标组分

[1] α - 六六六 **[2]** β - 六六六 **[3]** γ - 六六六 **[4]** δ - 六六六 **[5]** heptachlor **[6]** aldrin **[7]** heptachlor epoxide **[8]** alpha chlordane **[9]**gamma chlordane **[10]**endosulfan-1 **[11]**4,4-DDD **[12]**dieidrin **[13]**endrin **[14]**endosulfan-2 **[15]**4,4-DDE **[16]**endrin aldehyde **[17]**endosulfan sulfate **[18]**4,4-DDT

4.结论

本文建立了 SEPEX 快速全自动固相萃取净化测定水样品中多菌灵、甲萘威和阿特拉津及有机氯物质的分析方法。该方法简便可靠，适用于河流地表水和自来水检测。

撰稿人：张珑

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)