



# 农药残留分析的GPC前处理

## No.LC-003

**摘要：**采用凝胶渗透色谱(GPC)对蔬菜水果进行前处理。样品粉碎丙酮萃取后，过柱，浓缩后的溶液注入GPC系统进行分离，去除其中大分子的基质，如磷脂，叶绿素，脂肪等，收集小分子的农药，馏分浓缩后注入GC,GC-MS,HPLC等进行农药残留的检测。

脂肪、油、含脂肪类的食品等复杂生物基质的样品以及环境样品中痕量和超痕量农药残留的分析是目前食品分析和环境分析工作者面临的重要而艰巨的任务，这些物质的分析需要大量而细致的分离净化和浓缩过程。这些前处理过程往往费工、费时，对于要求快速分析的农药残留检测是一个很大的障碍。凝胶渗透色谱技术被用来去除脂肪和其它分子量相对较高的化合物，适用的样品范围极广，回收的农药品种多，回收率也较高，不仅对油脂净化效果好，而且分析的重现性好，柱子可以重复使用，已成为农药多残留分析中的通用净化方法。岛津在此基础上开发了GPC前处理系统，此系统中提纯GPC系统排除了试样中的油脂和色素等杂质，使食品中农残的分析更加快速和更加省力。

**关键词：**GPC HPLC 蔬菜水果 农药残留

### ■ GPC分离原理及特点

GPC主要依据分子量大小的不同进行分离。农药残留分析中，由于磷脂、脂肪、叶绿素等生物基体中的基质分子量较大，而农药的分子量小，因而可以采用GPC方法将农药和生物基体分开。农药包含在后流出的馏分中。

### ■ GPC净化的优点

- 1.磷脂，脂肪，叶绿素，类胡萝卜素等可通过GPC净化，一次即可从基体中除去，大大简化了前处理的步骤。
2. 农药的回收率高。
- 3.在分析含脂肪食品的农药残留时，GPC净化法已经被US-FDA，AOAC，USDA以及日本的MHW等所采纳。

### ■ GPC系统及分离条件

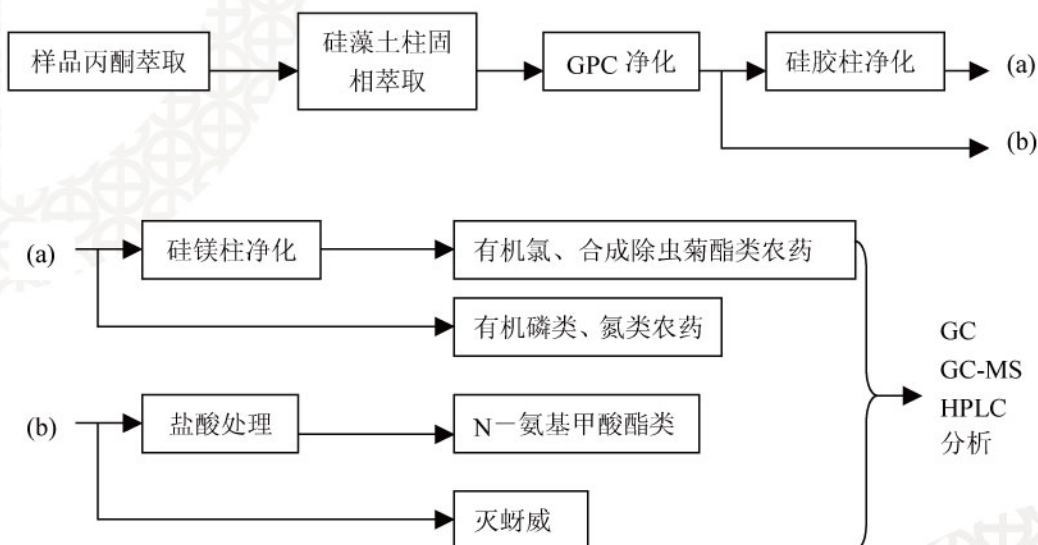
#### GPC系统

- 脱气机(DGU-14A) 1台；
- 泵(LC-10ADvp) 1台；
- 自动进样器(SIL-10ADvp) 1台；
- UV检测器( SPD-10Avp) 1台；
- 馏分收集器(FRC-10A) 1台。

#### 分离条件

- 色谱柱：Shodex CLN - pak EV-2000 ( 20.0mmI.D. x 300ML )
- 保护柱：Shodex CLN - pak EV-2000
- 流动相：乙酸乙酯:正己烷/1:1 4mL/min
- 收集15 - 30分钟的流出液

## ■ GPC样品前处理流程图



## ■ 柠檬中氨基甲酸酯实际分析例

柠檬样品粉碎，经丙酮萃取后，浓缩至2mL，注入硅藻土柱，乙酸乙酯洗脱，除去溶剂后，2mL乙酸乙酯/环己烷(1:1)溶解后注入GPC系统。GPC洗脱液浓缩除去溶剂后，溶解于甲醇中，取10 $\mu$ L HPLC分析。分析结果见图1及表1。

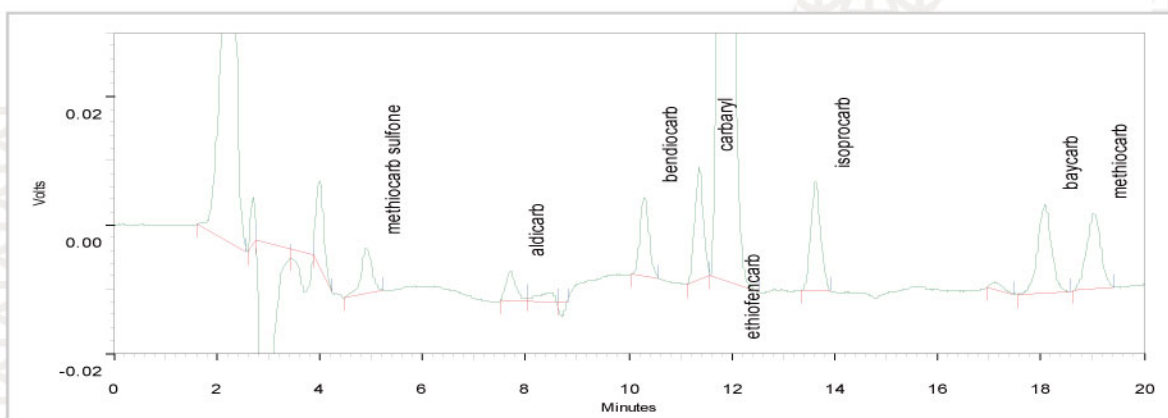


图 1 柠檬中氨基甲酸酯分析色谱图

表 1 柠檬中氨基甲酸酯分析结果

回收率%	灭虫威佩	恶虫威	甲萘威	异丙威	仲丁威	灭虫威
1	75.4	87.3	81.7	91.8	109.7	112.69
2	73.5	85.9	79.4	89.1	100.4	110.09
Average	74.5	83.1	78.1	87.5	105.1	114.34
RSD%	1.75	2.20	3.66	3.01	6.28	3.02