

橄榄油样品的 GPC 净化

本文描述了通过样品净化方法用于橄榄油的HPLC农残分析。根据 US EPA SW-846 3640A方法，通过尺寸排阻凝胶过滤色谱分离出油基质中的农药。本研究中，GPC填料为 Bio-Beads SX-3，GPC溶剂为环己烷/乙酸乙酯（1:1, v/v）。优化好的GPC纯化技术通过ECO GPC凝胶净化系统自动实现样品净化。

引言

GPC已经广泛作为有效的后提取净化程序用于去除样品基质中高分子量的干扰物，如脂类、色素、蛋白和聚合物。Bio-Beads SX-3通过有机溶剂分离多种农残的效果已经在多个文献中被广泛证明。GPC技术不但适合于极性分析物，也同样适用于非极性分析物，因此，能有效用于含有不同化合物样品的有效提取。为了说明这种样品净化方法的广泛适用性，本文研究了橄榄油样品中添加不同类型的有机污染物，包括多环芳烃类、邻苯二甲酸酯、酚类和三嗪等，全部这类化合物的回收率高于70%。



实验

玻璃柱装填7 g膨胀好的吸附剂填料，然后利用环己烷/乙酸乙酯（1:1, v/v）在5 ml/min流速下冲洗较长一段时间。为了测试GPC柱的洗脱轮廓图，利用环己烷/乙酸乙酯配制下列分析物的校正溶液：玉米油（25,000 mg/l）、二(2-乙基己基)邻苯二甲酸酯（1,000 mg/l）、甲氧氯（200 mg/l）、二萘嵌苯（20 mg/l）和硫磺（80 mg/l）。在和其它标注物混合前，通过在热玉米油中称量硫磺来提高其溶解度。

在溶剂冲洗并柱压稳定后，强校正溶液注入。依据UV吸收线，在玉米油冲出后、邻苯二甲酸二(2-乙基己酯)冲出前，开始收集柱的洗脱液，二萘嵌苯冲出后停止收集。将样品稀释（1:1）后装载如GPC系统的样品环，然后在1.5 ml/min流速下自动净化。得到的不同样品组分利用氮吹仪小心蒸发，然后用适当溶剂定容到1 ml，并用0.45 um的针式样品过滤器过滤。净化后的提取物然后可以利用GC、DC或HPLC技术进行分析（这里没有进行描述）。

仪器

本研究使用ECO GPC凝胶净化系统用于样品的自动净化处理。系统使用装有3 mm光程的测量池的固定波长紫外检测器（254 nm），相对这个流通池，如果使用分析流通池需要更低浓度的样品。仪器装有15个样品环，和一个用于避免交叉污染的冲洗环。利用17-位/1-通转换阀，并装有1 ml或5 ml样品环，最多可装载15个样品。利用第三个17-位/1-通转换阀，农药组分能在玉米油和硫磺流出间收集到一个平底收集瓶内。图1显示了GPC校正样利用环己烷/乙酸乙酯（1:1, v/v）冲出的色谱图。图2显示了含

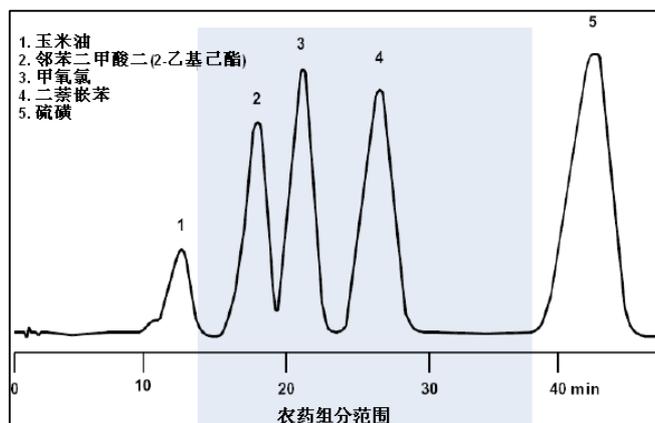


图 1. US EPA 3640A 方法的校正样的环己烷/乙酸乙酯（1:1, v/v）色谱图

有不同类型农药的橄榄油冲出轮廓图。

仪器参数如下

GPC柱：可调活塞玻璃柱（300 x15 mm, ID），
7 g Bio-Beads SX-3

洗脱液：环己烷/乙酸乙酯（1:1, v/v）

流速：1.5 ml/min

压力：12 bar

检测器：UV（254 nm）

样品量：1 ml

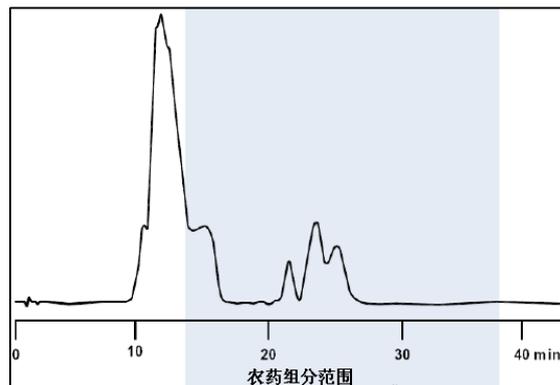


图2. 添加农药的橄榄油色谱图

结论

GPC样品制备是用于将少量农药从高分子基质如橄榄油中分离出来的有效工具。ECO GPC凝胶净化系统特别适合于农残分析的样品制备，也能够很容易用于其它实验室用于不同种类的GPC样品净化任务。

订货信息

| 项目 | 订货号 | 描述 | 数量 |
|----|----------|------------------------------------|----|
| 1 | A4002V20 | ECO GPC 凝胶净化系统 | 1 |
| 2 | B40 | 玻璃净化柱, 500 x 40 mm, Bio-Beads SX-3 | 1 |
| 3 | A1319 | 净化柱支架 | 1 |