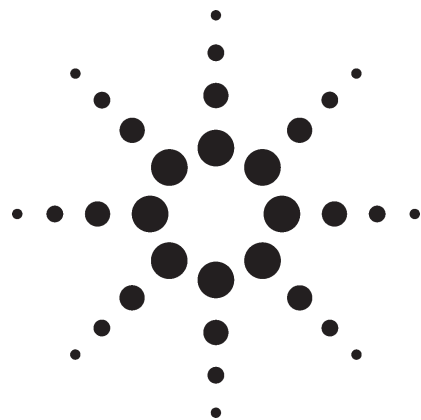


Agilent 6820 GC/NPD 分析氨基甲酸酯类农药残留



作者

姚卫军, 涂传鸿

安捷伦科技(上海)有限公司

上海市浦东新区外高桥保税区英伦路 412 号, 200131

摘要

本应用介绍了用 Agilent 6820 气相色谱仪 / 氮磷检测器测定氨基甲酸酯农药残留的方法。七种常见的氨基甲酸酯在 HP-5 ms 毛细管柱上得到很好的分离。各个化合物在 10-1000 ppb 内有良好的线性。各个化合物的检出限均低于 10 ppb, 比国家农药残留限量所规定的浓度低 10-200 倍。

前言

氮磷检测器 (NPD) 是含氮/磷有机化合物灵敏度高, 专一性好的检测器, 广泛用于痕量有机含氮或磷农药的分析。氨基甲酸酯是常用的一类高效的有机合成农药, 广泛地用于防止农作物的病虫害。这些农药都有可能残留在农作物中进入人类的食物链中, 给人们的健康带来潜在的危害, 我国对克百威、抗蚜威和甲萘威制定

了最高残留限量。GB/T 5009.104-2003 (原 GB14877-1994) 是基于填充柱气相色谱 / 氮磷检测器测定 6 种氨基甲酸酯国家标准推荐方法¹。由于毛细管柱的分离能力远远优于填充柱, 近年来, 填充柱方法逐渐有被毛细管柱方法替代的趋势。本应用使用 Agilent 6820 毛细管柱气相色谱 / 氮磷检测器测定常见的速灭威、异丙威、仲丁威、残杀威、克百威、抗蚜威和甲萘威等 7 种氨基甲酸酯。

实验部分

本实验在配置有分流 / 不分流毛细管柱进样口, 氮磷检测器 (NPD) Agilent 6820 气相色谱仪 (GC) 上进行。分流 / 不分流进样口使用 Agilent 脱活不分流衬管 (部件号 5183-4696) 和适合手动进样的 Agilent 高级绿色进样隔垫 (部件号: 5183-4759)。Agilent Cerity NDS 色谱软件用于 6820 GC 的仪器控制, 信号采集和数据处理。10 μ L 微量注射器手动进样。色谱条件见表 1。本实验中, 所有氨基甲酸酯农药配制在丙酮溶液中。



Agilent Technologies

表 1. 色谱分析条件

色谱仪	Agilent 6820
仪器控制及数据采集	Cerity NDS (中文版本)
进样口	分流 / 不分流进样口
进样口温度	250℃
进样方式	不分流进样
进样体积	1 μ L
吹扫时间	0.75 min
色谱柱	HP-5 ms 30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 0.25 μ m (部件号: 19091S-413)
载气	氮气, 进样口恒定压力: 5 psi, 1.0 mL/min (50℃)
柱温	50℃ 保持 1 min, 20℃/min 升至 100℃, 5℃/min 升至 150℃, 保持 5 min, 10℃/min 升至 200℃, 保持 10 min
检测器	氮磷检测器, 325℃, 白色铷珠 (部件号: G1534-60570) 氢气: 3 mL/min; 空气: 60 mL/min;
检测器气体	尾吹气: 氮气, 10 mL/min

结果与讨论

速灭威, 异丙威, 仲丁威, 残杀威, 克百威, 抗蚜威, 甲萘威七个化合物在所用毛细管色谱柱上得到很好的分离。其中仲丁威和残杀威的结构相近, 但在该条件下也能很好的分离 (分离度 $R=1.0$) 结果见图 1。

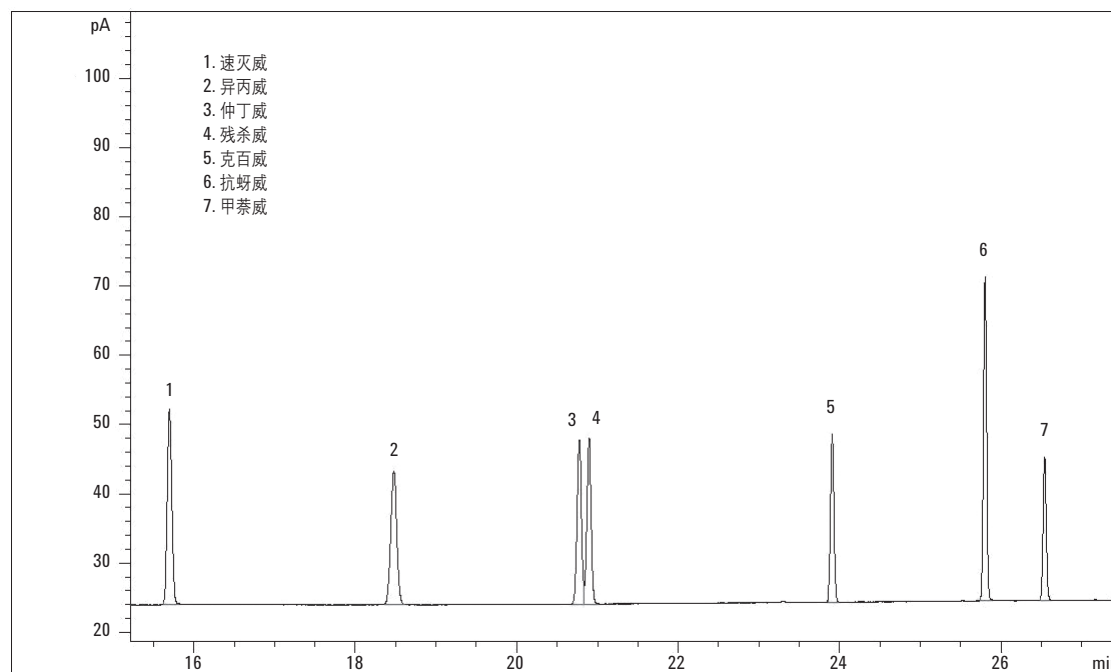


图 1. 七种氨基甲酸酯的在 Agilent 6820/NPD 上的色谱图

图2是抗蚜威和克百威的工作曲线。七种待测化合物在10 ~ 1000 ppb 范围内呈现良好的线性。

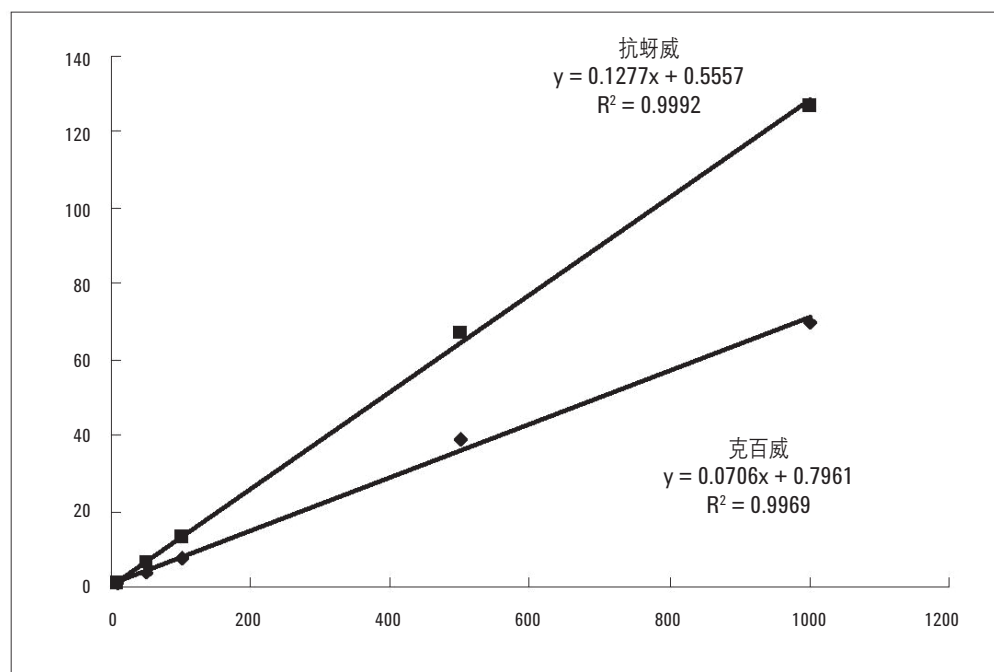


图 2. 抗蚜威和甲萘威在 Agilent 6820/NPD 上的线性

图 3 是 10 ppb 氨基甲酸酯标准溶液在氮磷检测器上的响应。10 ppb 化合物的信噪比约为 6-12。按照信噪比为 3(S/N=3)来计算检出限, 氨基甲酸酯在氮磷检测器上的检出限为 4-6 ppb。国家标准 GB14928.2-94、GB14928.7-94 和 GB14971-94 中规定氨基甲酸酯残留

限量为 50 ppb (粮食中的抗蚜威) -5000 ppb (粮食中的甲萘威), 所以 Agilent 6820 GC/NPD 系统的检出限比氨基甲酸酯残留限量低 10-1000 倍, 可以满足农药残留实验室的对氨基甲酸酯常规检测要求。

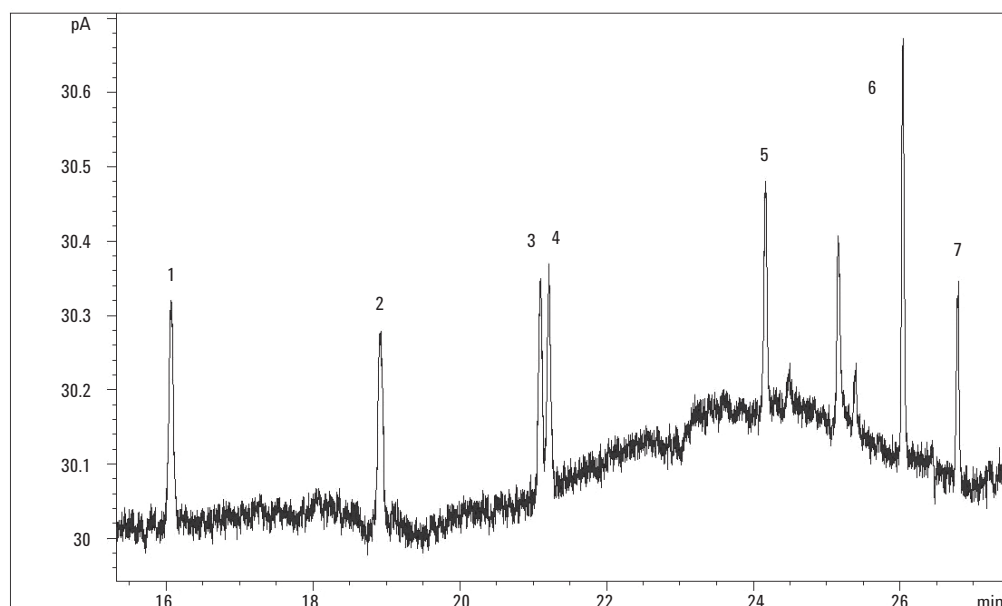


图 3. 10 ppb 氨基甲酸酯的在 Agilent 6820/NPD 上色谱图

结论

Agilent 6820 GC/NPD 系统对食品中氨基甲酸酯类农药残留的最低检出限远低于最高残留限量所规定的浓度。7种氨基甲酸酯在 HP-5ms 毛细管柱得到良好的分离。该方法线性范围宽,满足农药残留分析实验室的常规分析要求。

参考文献

1. GB/T 5009.104-2003植物性食品中氨基甲酸酯类农药残留量的测定。

安捷伦公司对本资料中所包含的错误,及因提供、使用本资料所造成的后果或相关损失概不负责。

本资料的内容、说明及指标如有更改,恕不另行通告。

© 安捷伦科技公司版权所有, 2004 年

中国印刷
2004 年 6 月 1 日
5989-1333CHCN



Agilent Technologies