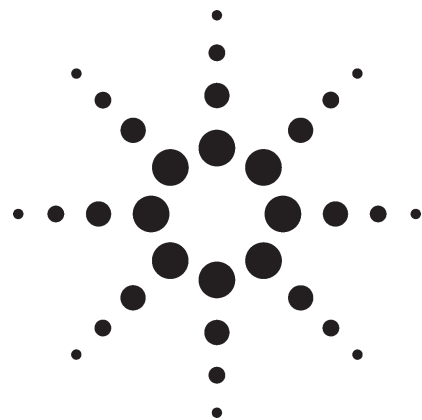


Agilent 6820 气相色谱 / 微池电子捕获检测器 测定有机氯和拟除虫菊酯类农药残留



作者

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 Agilent 6820 气相色谱仪 / 微池电子捕获检测器测定有机氯和拟除虫菊酯化合物。各个化合物在所测定的浓度范围内均有良好的线性。方法的灵敏度远优于该类化合物残留分析的要求。

前言

电子捕获检测器 (ECD) 是一种对含卤素等电负性强的化合物有很高灵敏度和选择性的一种检测器。但是，电

子捕获检测器 (ECD) 本身有其局限性，例如，线性范围窄，对超出校正曲线范围的样品需要稀释后重新测定。另外，传统的电子捕获检测器的设计中，检测池体积较大，导致灵敏度降低。

针对以上问题，安捷伦公司设计了微池电子捕获检测器 (micro-ECD)，用于 6890 系列气相色谱仪上¹。微池电子捕获检测器 (micro-ECD) 是专门为毛细管柱设计。与传统的电子捕获检测器 (ECD) 相比，检测池体积小，灵敏度提高了约数十倍，而且线性范围也得到了明显的改善。

本应用介绍了基于国家推荐标准方法 GB/T 5009.146-2003²，使用配有微池电子捕获检测器的 Agilent 6820 气相色谱仪同时测定有机氯和拟除虫菊酯农药的方法。



Agilent Technologies

实验部分

本实验在配置有分流/不分流毛细管柱进样口,微池电子捕获检测器(micro-ECD) 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 µL微量注射器手动进样。色谱条件见表 1。本实验中,所有有机氯和拟除虫菊酯农药配制在正己烷溶液中。

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	2 µL
吹扫时间	0.75min
色谱柱	HP-1 30 m x 0.32 mm x 0.25 µm (部件号: 19091Z-413)
载气	氮气, 进样口压力: 6.0 psi, 1.2 mL/min (60℃)
柱温	60℃ 保持 1 min, 30℃/min 升至 180℃, 5℃/min 升至 250℃, 保持 5 min, 3℃/min 升至 280℃, 保持 10 min
检测器	微池电子捕获检测器(micro-ECD), 330℃。 尾吹气: 氮气, 60 mL/min

结果与讨论

微池电子捕获检测器 (micro-ECD) 的灵敏度

图1是常见的有机氯农药和拟除虫菊酯化合物的在HP-1毛细管柱上的色谱图。其中四种六六六、艾氏剂、七氯、环氧七氯和六种拟除虫菊酯浓度为10 ppb, p,p’-滴滴依、狄氏剂、异狄氏剂、硫丹I、II为20 ppb, p,p’-滴滴滴、p,p’-滴滴涕、异狄氏剂醛、硫丹硫酸酯为60 ppb。除异狄氏剂和 p,p’-滴滴滴外,其他二十种化合物都达到了基线分离。拟除虫菊酯类化合物中,分离出两种氯菊酯、四种氯氰菊酯和两种氰戊菊酯的同分异构体。当样品浓度为10-60 ppb时,所有待测化合物的信噪比均大于40 倍,因此可以很容易地被定量分析。而有机氯和拟除虫菊酯在食品中的残留限量通常为10 ppb 或者更高。因此,微池电子捕获检测器的灵敏度很容易满足农药残留分析时的定量要求。

线性和响应系数

通过逐级稀释得到一系列标准溶液,用Agilent 6820 微池电子捕获检测器来测定。图2 和图3以gamma-六六六和氯菊酯为例说明微池电子捕获检测器对有机氯和拟除虫菊酯化合物均有良好的线性。表2列出了各个化合物的线性范围和在此范围内的响应系数,响应系数的相对标准偏差和线性相关系数。其中响应系数为浓度和其对应的色谱峰峰面积之比。响应系数的相对标准偏差小于20%,满足美国环保署 (USEPA) 合同实验室项目 (CLP) 中对响应系数的精度的要求。各个化合物的校正曲线的相关系数均大于0.99。

结论

Agilent 6820/ 微池电子捕获检测器对常见的有机氯和拟除虫菊酯化合物均有良好的灵敏度和线性,远远优于日常农药残留分析的要求。

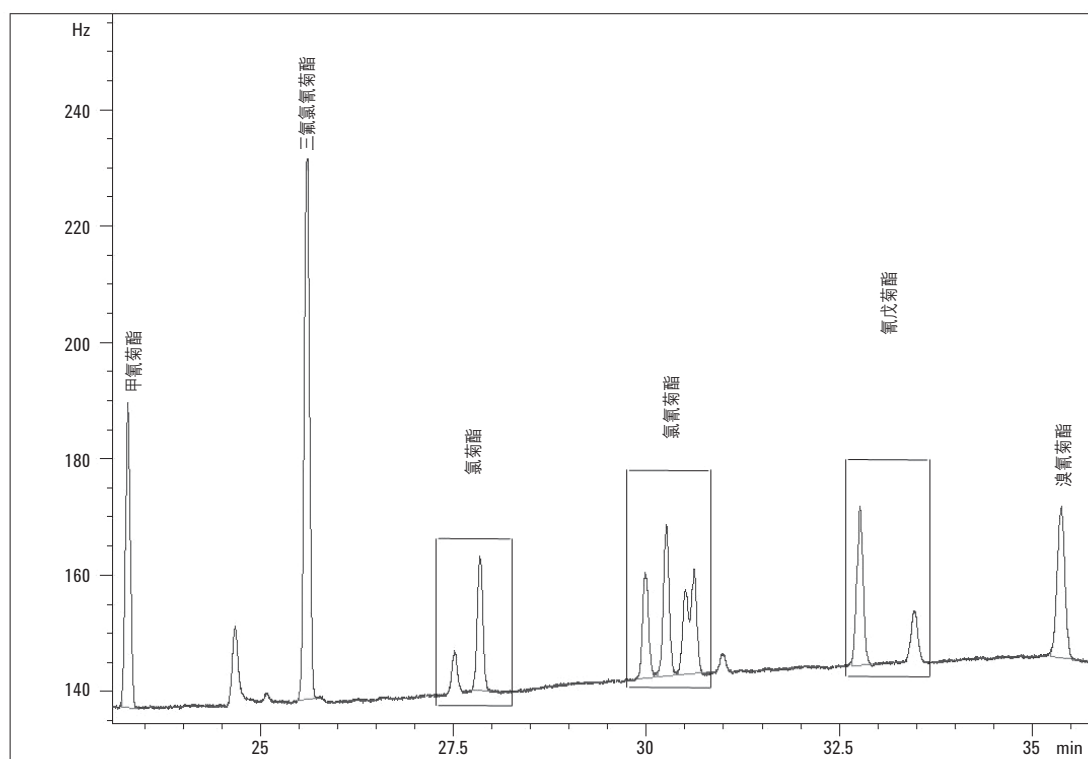
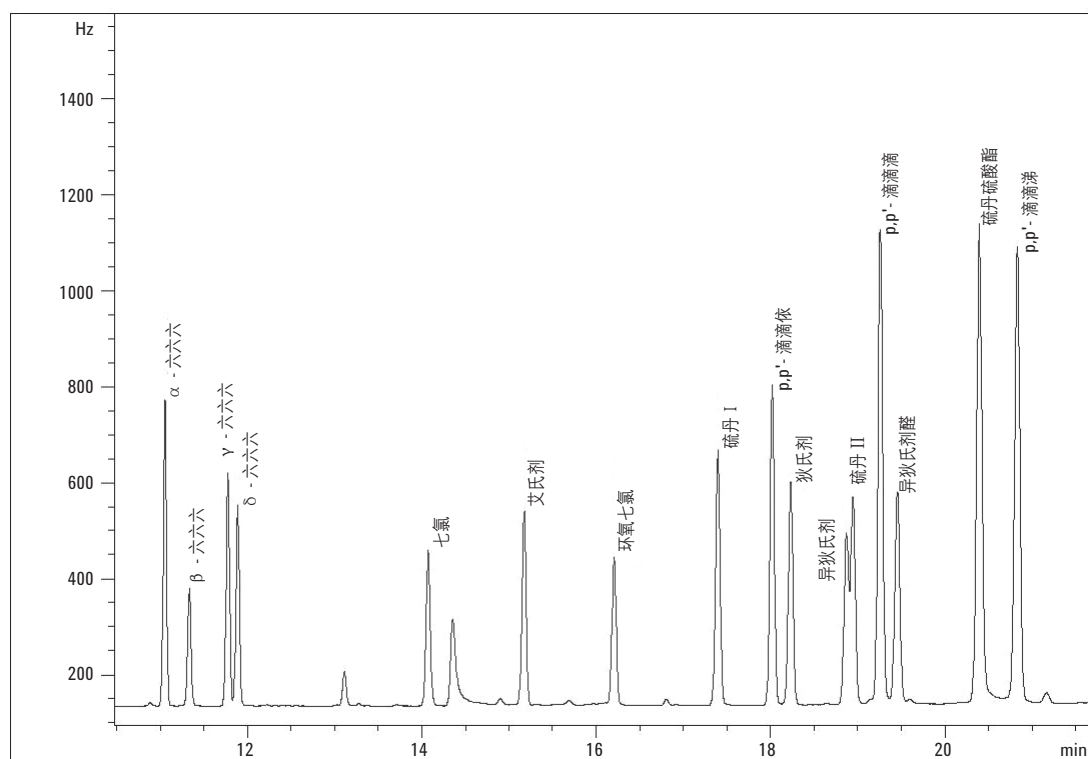


图 1. 有机氯和拟除虫菊酯化合物在 HP-1 柱上的色谱图

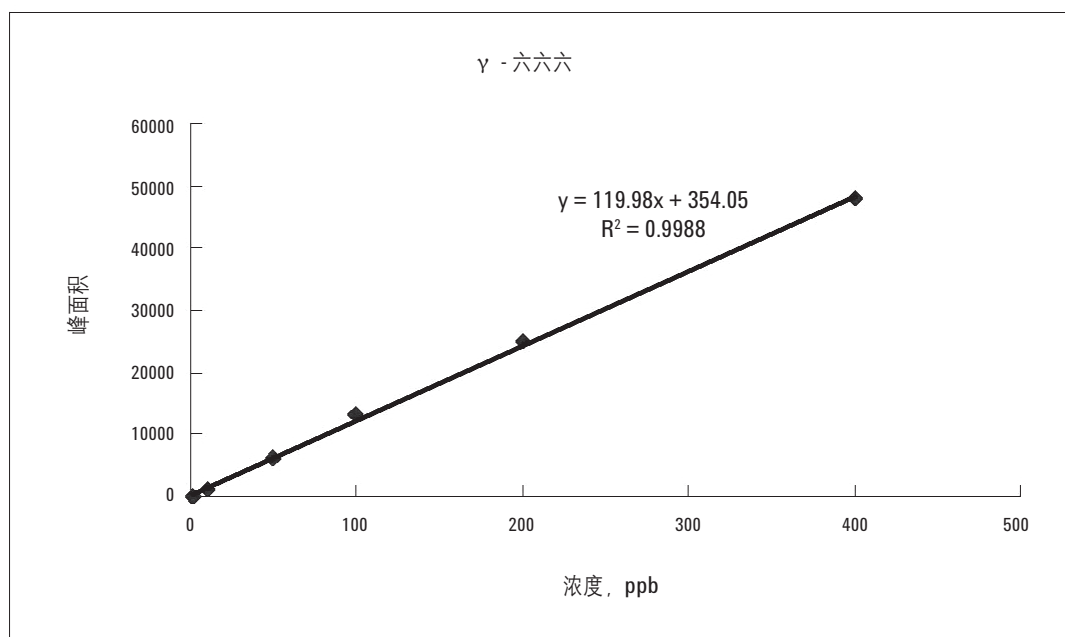


图 2. γ - 六六六的校正曲线

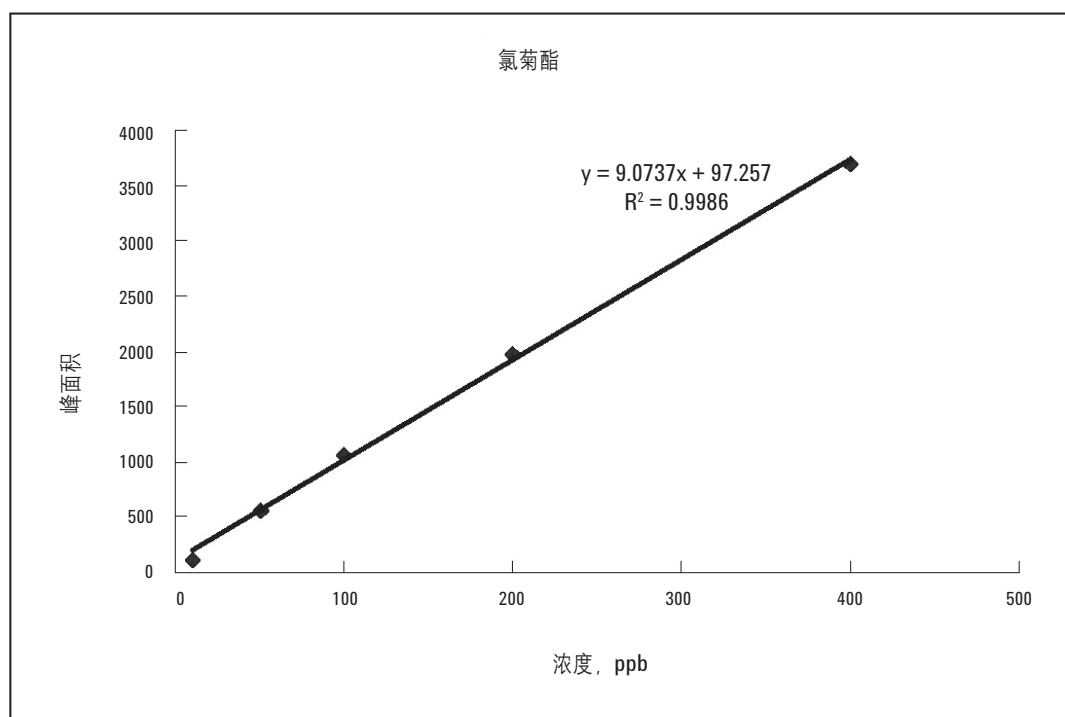


图 3. 氯菊酯的校正曲线

表 2. Agilent 6820 GC/Micro-ECD 分析有机氯和拟除虫菊酯的线性结果

化合物名称	平均响应系数	响应系数的相对标准偏差 (%)	线性范围 (ppb)	相关系数
α - 六六六	0.0064	7.5	1-400	0.9983
β - 六六六	0.0159	18.1	1-400	0.9984
γ - 六六六	0.0078	9.4	1-400	0.9988
δ - 六六六	0.0087	8.8	1-400	0.9986
七氯	0.0097	13.2	1-400	0.9987
艾氏剂	0.0078	8.0	1-400	0.9982
环氧七氯	0.0100	11.7	1-400	0.9983
硫丹 -I	0.0109	11.7	2-800	0.9983
p,p'-滴滴依	0.0088	11.0	2-800	0.9948
狄氏剂	0.0123	13.0	2-800	0.9981
异狄氏剂	0.0152	16.3	2-800	0.9991
硫丹 -II	0.0121	15.8	2-800	0.9987
p,p'-滴滴滴	0.0379	8.7	6-2400	0.9983
p,p'-滴滴涕	0.0175	15.8	6-2400	0.9972
异狄氏剂醛	0.0139	10.6	6-2400	0.9989
硫丹硫酸酯	0.0140	10.0	6-2400	0.9988
甲氧菊酯	0.0500	18.0	1-400	0.9951
三氟氯氰菊酯	0.0225	8.6	1-400	0.9982
氯菊酯	0.1007	10.2	10-400	0.9986
氯氰菊酯	0.0809	7.2	10-400	0.9991
氰戊菊酯	0.0728	6.9	10-400	0.999
溴氰菊酯	0.0461	15.0	10-400	0.9996

参考文献

1. Channel, I., and Chang, I. L., "Analysis of Organochlorine Pesticides and PCB Congeners with the Agilent 6890 Micro-ECD", Agilent Technologies, Application Note 228-384, Publication No. (23) 5965-8556E, June 1997.
2. GB/T 5009. 146-2003, "植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留的测定", 2003 年 8 月。

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
5989-1335CHCN



Agilent Technologies