

# 用气相色谱/质谱/质谱联用技术对海洋生物中杀虫剂等复杂样品进行分析

## 应用摘要

### 作者

Chris Sandy  
Agilent Technologies, Inc.  
UK and Ireland Sales Headquarters  
710 Wharfedale Road  
Winnersh Triangle  
Wokingham, Berkshire, RG41 5TP  
UK

### 摘要

用气相色谱/质谱联用技术对海洋生物样品（贻贝，蚌类）中的有机氯农药残留进行检测是极具挑战性的。虽然可以用快速溶剂萃取技术，同时使用尺寸排阻色谱以及氧化铝萃取技术处理样品，但提取样品中仍然含有大量基质。采用单四极杆气相色谱/质谱联用系统时，在选择离子检测模式下，这些基质不仅干扰定量分析，而且会造成衬管以及气相色谱柱问题。导致气相色谱保留时间漂移和信号强度衰减。同时，质谱离子源会很快被污染。

采用气相色谱/三重串联四极杆多反应监测分析模式时，因为复杂多重残留分析需要对多反应监测的分段时间进行认真设置，所以采集数据时避免保留时间漂移尤其重要。

本篇应用简要将介绍如何用安捷伦 7000A 三重串联四极杆气相色谱/质谱联用系统多反应监测模式，结合安捷伦微板流路控制技术对高沸点组分的反吹技术来对海洋生物样品进行分析。



**Agilent Technologies**

## 分析挑战

图 1 是海洋生物样品的全扫描总离子流图 (TIC)，质量数范围设置为 50-550 amu。当所有分析物从柱中洗脱后，仍有大量基质存留于色谱系统中。

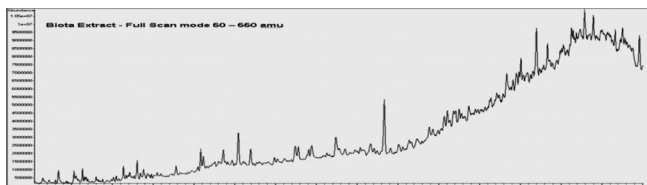


图 1. 海洋生物样品的全扫描总离子流图 (质量数范围: 50-550 amu)

如图 2 所示，在选择离子检测模式下纯溶剂在两个提取物注射前后的总离子流图对比显示了气相色谱中化学背景的积累。

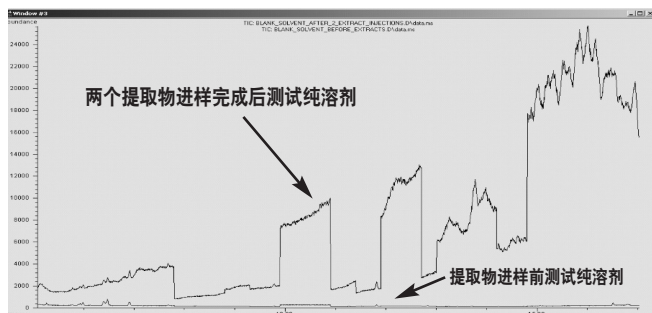


图 2. 纯溶剂在提取物注射前后的选择离子模式总离子流图显示气相色谱化学背景的积累

## 实验

图 3 所示安捷伦方法转换软件可以用于生成两倍于安捷伦保留时间锁定法提供的杀虫剂常规 42 分钟分析法。所用色谱柱为 15 m × 0.25 mm id × 0.25 μm HP-5MS 超高惰性柱 (1909 1 s-431UI)。

转换柱头压使微板流路控制设备上的 4.0 psig 辅助压力施于柱末端，系统在恒压模式下运行 (如图 4 所示)。不分流进样 2 μL。

GC Method Translation - RTPSTX2.MXD			
Criterion: <input type="radio"/> Translate Only <input type="radio"/> Best Efficiency <input type="radio"/> Fast Analysis <input checked="" type="radio"/> None Speed gain: 2.00000			
		Original Method	Translated Method
<b>Column</b>			
Length, m		30.00	<input type="checkbox"/> 15.00
Internal Diameter, μm		250.0	<input type="checkbox"/> 250.0
<b>Film</b>			
Thickness, μm		0.250	<input type="checkbox"/> 0.250
Phase Ratio		250.0	<input checked="" type="radio"/> 250.0
<b>Carrier Gas</b>			
Enter one Setpoint			
Head Pressure, psi		19.664	<input type="checkbox"/> 17.177
Flow Rate, mL/min		2.1000	<input type="checkbox"/> 2.3704
Outlet Velocity, cm/sec		52.86	<input type="checkbox"/> 73.10
Average Velocity, cm/sec		52.86	<input type="checkbox"/> 52.86
Hold-up Time, min		0.945907	<input type="checkbox"/> 0.472954
Outlet Pressure (absolute), psi		0.000	<input type="checkbox"/> 18.696
Ambient Pressure (absolute), psi		14.696	<input type="checkbox"/> 14.696
<b>Oven Temperature</b> 3-ramp Program			
	Initial	Ramp Rate °C/min	Final Temp. °C
	Ramp 1	70.00	2.000
	Ramp 2	25.000	150.00
	Ramp 3	3.000	200.00
	Final Time min	0.000	0.000
	Initial	Ramp Rate °C/min	Final Temp. °C
	Ramp 1	50.000	150.00
	Ramp 2	6.000	200.00
	Ramp 3	16.000	280.00
	Final Time min	0.000	0.000
<b>Sample Information</b> None			

图 3. 安捷伦气相色谱方法转换软件

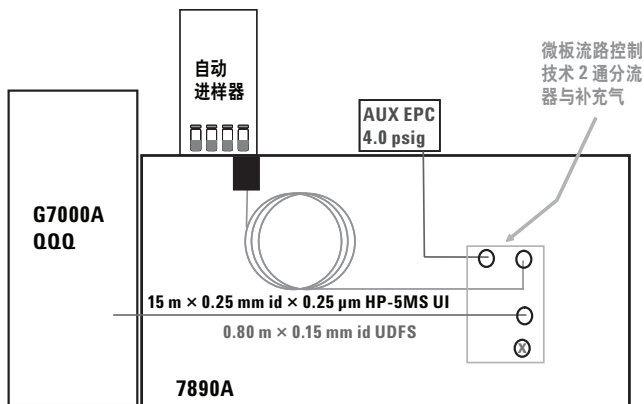


图 4. 多反应监测模式下的安捷伦 7000A 三重串联四极杆气相色谱/质谱系统

在多反应监测分析模式下运行 7000A 质谱仪。表 1 列出了每种分析物的保留时间，离子对以及碰撞电压。

表 1. 分析物的保留时间，离子对以及碰撞电压

TS	目标化合物	保留时间	母离子 m/z	定量离子 m/z	确认离子 m/z	CV
1	a-HCH	6.19	219	147	183	20
	b-HCH	6.76	219	147	183	20
	Lindane	6.89	219	147	183	20
	d-HCH	7.45	219	147	183	20
2	PCB 28	8.25	256	186	151	20
	PCB 52	9.15	292	220	257	20
4	Aldrin	9.47	263	193	228	30
	Isodrin	10.24	193	123	157	30
6	PCB 155 (ISTD)	11.28	360	290		20
7	PCB 101	11.51	326	256	291	20
8	Dieldrin	12.18	263	193	228	30
	Endrin	12.56	263	193	228	30
9	PCB 118	12.84	326	256		20
10	PCB 153	13.25	360	290	325	20
	PCB 138	13.72	360	290	325	20
11	PCB 180	14.75	394	324	359	20
12	Mirex (ISTD)	15.09	272	237		20

使用碰撞池时, 氦气压力设置为 2.60 psi, 氮气压力设置为 6.25 psi。  
多反应监测分析总离子流图如图 5 所示。灰白线标记每一个多反  
应监测分析段。

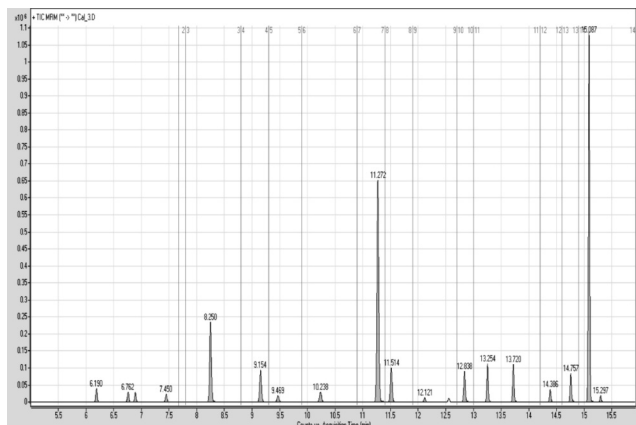


图 5. Agilent 7000A 三重串联四极杆在多反应监测分析模式下得到的总离子流图

## 校准

内标物校准范围是 0.8-200 ppb。低浓度标准物狄氏剂和异狄氏剂  
的多反应监测分析定量离子对示例如图 6 所示。

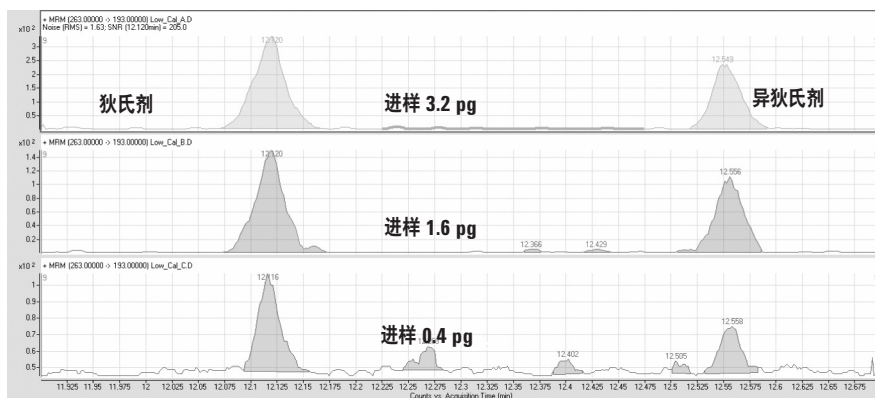


图 6. 低浓度标准物狄氏剂和异狄氏剂的多反应监测分析定量离子对示例

## 定量结果

表 2 列出了海洋生物提取物三次重复测定的定量结果 (ppb)。  
鉴定了两种有机氯杀虫剂 (狄氏剂和  $\beta$ -六六六) 并对其定量。

表2. 对海洋生物提取物进行三次重复测定得到的平均定量结果

样品	a-HCH	b-HCH	g-HCH	d-HCH	艾氏剂	异艾氏剂	狄氏剂	异狄氏剂
提取的生物样品空白	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
提取物	ND	0.69	ND	ND	ND	ND	0.56	ND
提取物	ND	0.90	ND	ND	ND	ND	0.55	ND
提取物	ND	0.82	ND	ND	ND	ND	0.47	ND
平均值 (ppb)		0.80					0.53	

## 结论

安捷伦 7000A 三重串联四极杆气相色谱/质谱联用系统多反应监测分析模式的高选择性和高灵敏性，结合安捷伦微板流路控制技术以及反吹模式，为海洋生物提取物中痕量有机氯杀虫剂的分析提供了一种强有力的工具。

## 如需了解更多信息

有关我们的产品以及服务的更多信息，请登陆我们的网站：

[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)。

[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

安捷伦对本资料中出现的错误，以及由于提供或使用本资料所造成的相关损失不承担责任。

本资料中涉及的信息、说明和规格，如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技公司，2009  
中国印刷  
2009年5月22日  
5989-9727CHCN



**Agilent Technologies**