

使用 Agilent Intuvo 9000 双 ECD GC 系统进行有机 氯农药分析

技术优势：用于双色谱柱分析的 GC 流路芯片模块化配置

前言

有机氯农药测量通常按照美国国家环境保护局的合同实验室计划 (CLP) 方案进行¹。设计 CLP 的目的是为实验室鉴定和定量分析环境污染物提供支持。这在确定应当采取哪些补救措施来清理受污染的场所时非常重要。有机氯农药是常见的目标物，因为它们在土壤或沉积物中具有持久性，并可对水源造成影响。采用 CLP 方案 (EPA SW-846 测试方法 8081B²) 进行有机氯农药分析的实验室需要一种稳定的高通量分析方法，且同时能最大程度降低分析成本。该方法使用一般的非专有参数，允许分析人员选择消耗品及校准方案，但会指定双色谱柱配置和电子捕获检测器 (ECD)。同时，该方法也通过测量异狄氏剂和 DDT 的分解确定系统惰性。

Agilent Intuvo 9000 气相色谱系统可轻松支持此配置，同时还具有其他优势。为了在单次运行中进行鉴定和确认，同时满足分解限值，模块化惰性流路芯片可以轻松配置两根色谱柱。考虑到潜在样品（水到土壤和沉积物）的复杂基质，芯片式保护柱可以简化维护。定期更换芯片式保护柱可保护下游组件免受基质污染，从而无需对色谱柱进行切割。此举可使保留时间不受影响，从而可缩短停机时间。



如需了解更多信息，请访问：
www.agilent.com

实验部分

配备双 ECD 检测器和进样口分流器的 Intuvo GC 系统。使用 Agilent CLP1 和 CLP2 色谱柱 (123-8336-INT 和 123-8232-INT)。使用稀释至 2 ppm 的定制 CLP 农药标准品证明色谱性能。使用含有异狄氏剂和 DDT 的标准品验证系统惰性。表 1 列出了仪器条件。

为满足各项需求, 开发出了两种方法。第一种方法可在 30 分钟的运行时间内提供极佳的分离度。第二种方法具有极快的速度, 运行时间为 11 分钟。采用该方法可能无法满足分离度要求, 具体则取决于所选的分析物。

结果与讨论

分别使用 30 分钟法和 11 分钟法评估含有 20 种氯代农药的标准品 (表 2)。使用 30 分钟法可获得 20 种受评估农药的出色分离度。该方法获得了最佳分离度, 并且能够对更多数量的分析物进行分析 (图 1)。

气相色谱条件

表 1. Agilent Intuvo 9000 气相色谱系统参数

参数	30 分钟法	11 分钟法
进样口	240 °C	
脉冲不分流	在 60 psi 下保持 0.3 min, 0.5 min 时流速为 75 mL/min	
色谱柱 1	Agilent DB-CLP 1 (30 m × 320 μm, 0.25 μm)	
色谱柱 2	Agilent DB-CLP2 (30 m × 320 μm, 0.50 μm)	
色谱柱流速	3 mL/min	
柱温箱	100 °C (保持 1 min), 以 10 °C/min 升至 225 °C (保持 8 min), 以 30 °C/min 升至 300 °C (保持 5.25 min)	120 °C (保持 0.2 min), 以 45 °C/min 升至 250 °C, 以 18 °C/min 升至 300 °C (5 min)
芯片式保护柱	炉温跟踪	
总线温度	260 °C	
ECD	300 °C, 尾吹气流速 30 mL/min	

表 2. 20 种目标分析物, 包含多种氯代农药

分析物	分析物
1 α-BHC	11 4,4'-DDE
2 γ-BHC	12 狄氏剂
3 β-BHC	13 异狄氏剂
4 七氯	14 4,4-DDD
5 δ-BHC	15 硫丹 II
6 艾氏剂	16 4,4'-DDT
7 环氧七氯	17 异狄氏剂醛
8 反式氯丹	18 硫丹硫酸酯
9 顺式氯丹	19 甲氧滴滴涕
10 硫丹 I	20 异狄氏剂酮

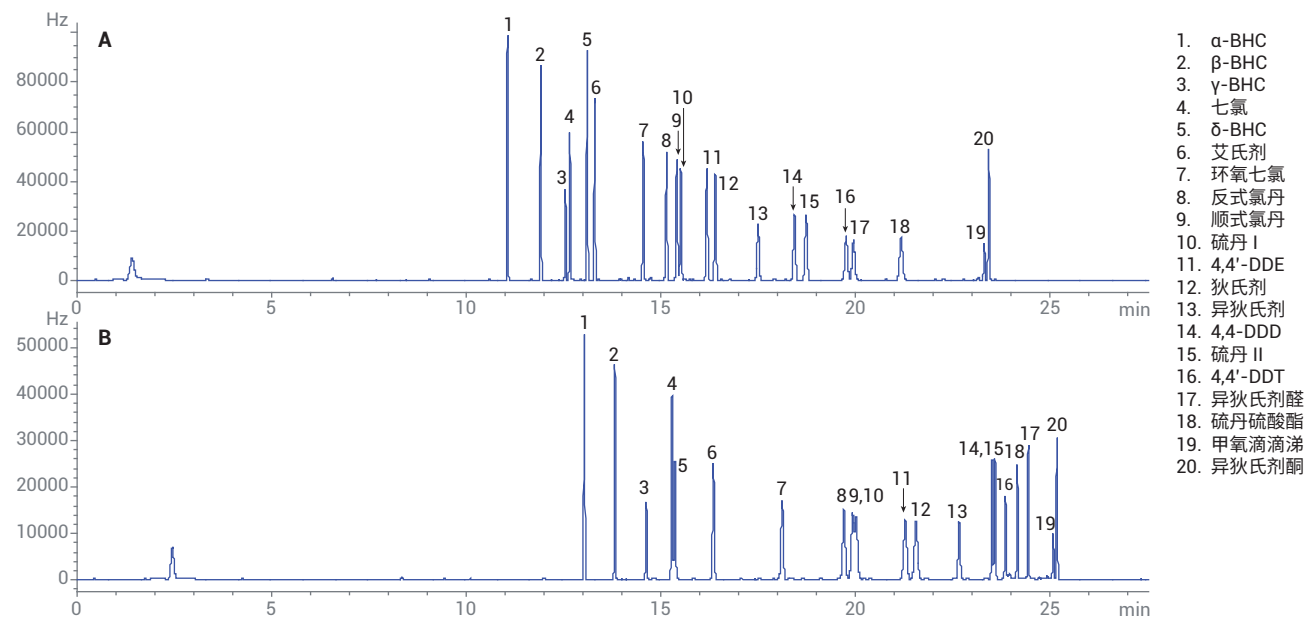


图 1. Agilent DB-CLP1 (A) 和 DB-CLP2 (B) 色谱柱对这 20 种目标分析物均显示出了出色的分离度效果

30 分钟法产生了 7% 的异狄氏剂分解和 2% 的 DDT 分解。EPA 8081B 规定分解率不得超过 15%。如果超过该数值，则必须采取维护或纠正措施。

使用 11 分钟法也可获得 20 种受评估农药的出色分离度。但由于程序升温速率提高，该方法的峰容量较低。但其仍可在 9 分钟内分离 20 种农药（图 2）。将色谱柱流速提升到 6 mL/min 可进一步缩短运行时间。

该方法产生了 8% 的异狄氏剂分解和 3% 的 DDT 分解。通过该方法监测多次进样的异狄氏剂和 DDT 分解，完成了稳定性测试。100 次进样后，异狄氏剂的分解率达到了 15%（方法限值）。通过更换进样口衬管，该问题得到了解决，异狄氏剂分解率重新降至 5% 以下。

结论

Agilent Intuvo 9000 气相色谱系统为依照 CLP 指南进行氯代农药评估提供了一种简单直接的方法。使用 30 分钟法和 11 分钟法均可获得 20 种目标分析物的出色分离度。异狄氏剂和 DDT 的分解水平在可接受范围内，从而证明了系统的惰性。在 100 次进样后，异狄氏剂的分解率达到了方法限值。对进样口进行维护后（更换进样口衬管和隔垫），分解率重新降至方法限值以下。

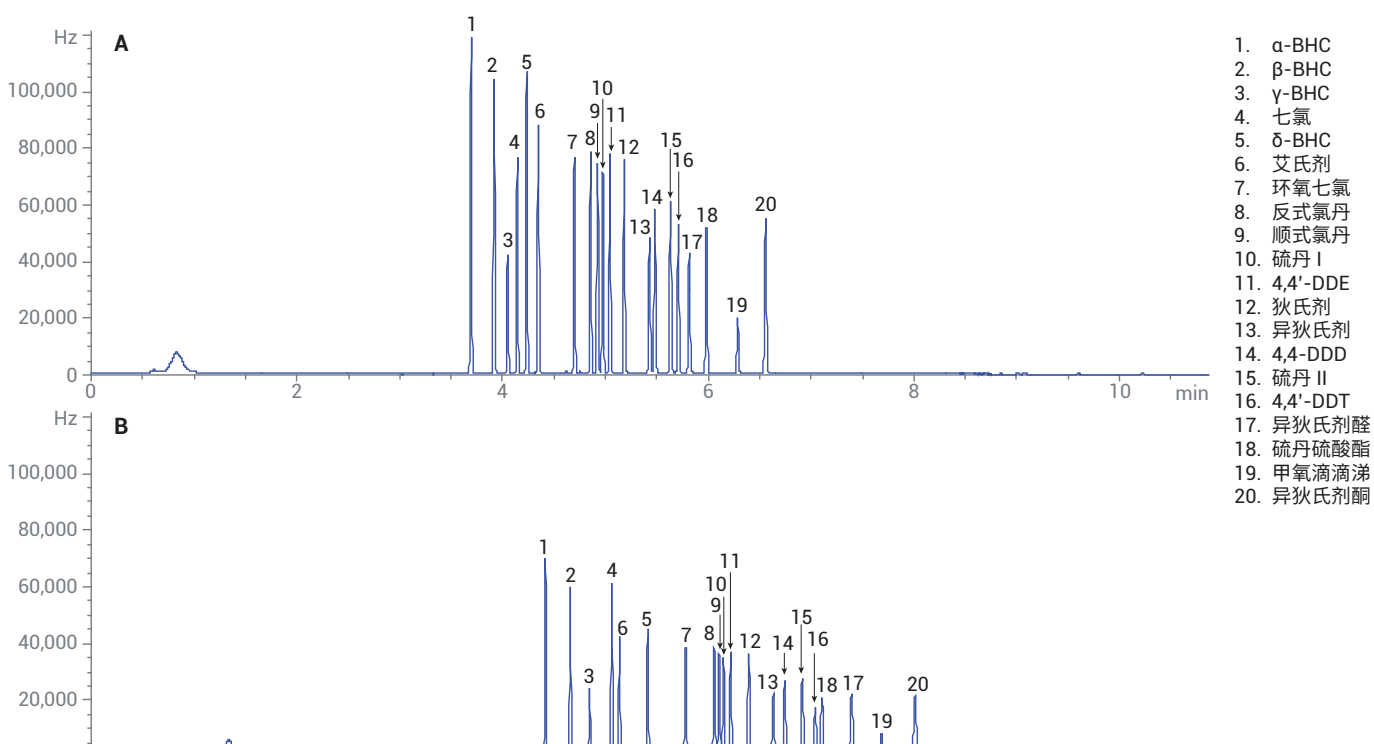


图 2. Agilent DB-CLP1 (A) 和 DB-CLP2 (B) 色谱柱均可在 9 分钟内获得出色的分离度

参考文献

1. Introduction to the Contract Laboratory Program, *EPA 540-R-07-02*, January **2007**
2. Organochlorine Pesticides by Gas Chromatography, *EPA Method 8081B*, February **2007**

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com/chem/intuvo

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2018
2018年2月23日，中国出版
5991-9000ZHCN