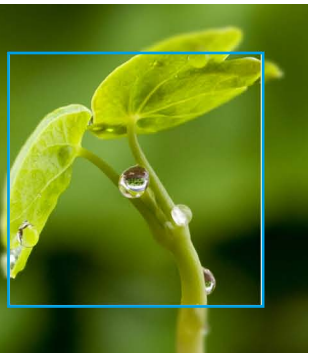
使用安捷伦 7820 气相色谱/火焰光度检测器进行有机磷农药的分析

环境



配备火焰光度检测器（FPD）的安捷伦 7820 系列气相色谱（GC）为有机磷农药的分析提供高的灵敏度，良好的线性及稳定性

化学合成的有机农药被广泛用于现代农业中以保护农作物，提高粮食产量。然而，由于这些化合物会导致乙酰胆碱酯酶失活，所以被人体吸收后会产生很大的毒性。基于此，目前已经规定了在不同种类农产品中的 27 种有机磷农药的最大残留量（MRLs）并开发了相应的分析方法，以避免对公众健康造成不良影响。

配备火焰光度检测器（FPD）的安捷伦 7820 系列气相色谱（GC）为有机磷农药的分析提供了高的灵敏度，良好的线性及稳定性。获得了比中国农业行业标准 NY_T 761.1-2004 [1] 中要求的更为优异的结果。

主要优势

- 安捷伦 7820 GC-FPD 在有机磷农药分析中灵敏度高
- 自动进样器与电子气路控制确保分析获得良好重现性和易用性
- 安捷伦化学工作站软件可用于 7820 系统的操作控制和数据分析

实验部分

表 1. 色谱条件

进样口	分流/不分流进样口
进样口温度	220 °C
进样模式	不分流
进样量	1 µL
吹扫时间	0.75 分钟
色谱柱	DB-1701P, 0.32 mm x 30 m, 0.25 µm (部件号 123-7732)
载气	氦气, 恒流模式 4 mL/min
柱温箱	100 °C 开始, 以 25 °C/min 的速度升温至 150 °C, 再以 5 °C/min 的速度升温至 250 °C 保持 5 分钟
检测器	FPD 在 250 °C 磷模式
检测器气体流速	氢气 75 mL/min 空气 100 mL/min 补充气氮气 60 mL/min
数据分析系统	Agilent 化学工作站

结果与讨论

安捷伦 7820 GC-FPD 具备微量有机磷农药分析的高灵敏度。图 1 所示为安捷伦 7820 GC-FPD 分析 10 µg/L 级别农药的色谱图，可见其卓越的信噪比（S/N）。表 2 所示，对于大多数化合物在 10–1000 µg/L 浓度范围内 R^2 > 0.999，表现出良好的线性，表明 7820-FPD 适用于低浓度水平的有机磷农药的定量分析。最低检测限（S/N = 3）比有机磷农药的最大残留量（MRLs）低得多 [2]。

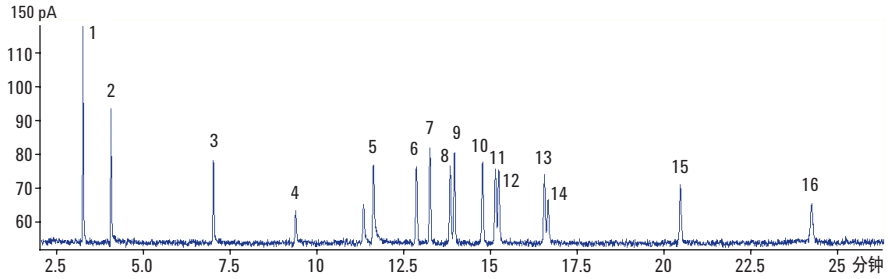


图 1.　安捷伦 7820 GC-FPD 分析浓度为 10 µg/L 的 16 种有机磷农药的色谱图

表 2.　MDL（S/N = 3）和浓度在 10 到 1000 µg/L 范围内的良好线性

	化合物名称	MDL (µg/L)	线性范围 (µg/L)	线性系数 R^2
1	敌敌畏	1.0	10–1,000	1
2	甲胺磷	1.5	10–1,000	0.9991
3	乙酰甲胺磷	2.4	10–1,000	0.9992
4	氧化乐果	6.2	10–1,000	0.9977
5	乐果	2.5	10–1,000	0.9997
6	毒死蜱	2.4	10–1,000	0.9997
7	甲基对硫磷	2.2	10–1,000	0.9997
8	马拉硫磷	2.4	10–1,000	0.9997
9	杀螟松	2.1	10–1,000	0.9998
10	甲基异柳磷	2.3	10–1,000	0.9998
11	喹硫磷	2.8	10–1,000	0.9997
12	水胺硫磷	2.6	10–1,000	0.9997
13	杀扑磷	2.6	10–1,000	0.9993
14	丙溴磷	3.9	10–1,000	0.9992
15	三唑磷	3.3	10–1,000	0.9984
16	伏杀磷	4.3	10–1,000	0.9978

自动液体进样器（ALS）和EPC的使用使得安捷伦7820GC-FPD易于操作且重现性良好。如表 3 所示，16 种有机磷农药保留时间（RT）的相对标准偏差（RSD）低于 0.013%。在浓度为 0.200 mg/L 时，峰面积的 RSD 小于 4% 保证了其重现性，良好的保留时间和峰面积的重现性确保了可靠的定性和定量分析。

表 3.　峰面积和保留时间的重现性（n = 10）

峰编号	0.050 mg/L 峰面积 RSD%	保留时间 RSD%	0.200 mg/L 峰面积 RSD%	保留时间 RSD%
1	1.87%	0.009%	0.71%	0.008%
2	2.67%	0.011%	2.27%	0.007%
3	3.79%	0.023%	3.57%	0.008%
4	6.51%	0.016%	3.27%	0.008%
5	2.99%	0.009%	1.91%	0.011%
6	1.71%	0.009%	0.76%	0.008%
7	2.64%	0.007%	1.34%	0.009%
8	2.03%	0.007%	0.86%	0.010%
9	1.94%	0.012%	0.93%	0.008%
10	2.20%	0.012%	1.36%	0.008%
11	3.02%	0.007%	1.23%	0.013%
12	4.05%	0.012%	1.71%	0.007%
13	3.77%	0.006%	1.73%	0.009%
14	5.01%	0.013%	2.64%	0.012%
15	6.35%	0.007%	3.13%	0.010%
16	5.52%	0.012%	2.92%	0.011%

以苹果中有机磷农药残留的分析为例证明安捷伦 7820GC-FPD 的适用性（如图 2 所示）加标量为 0.2 mg/kg 的 16 种有机磷农药的回收率范围在 83% 到 106% 之间（如表 4 所示）样品前处理方法参考标准 NY_T 761.1-2004。

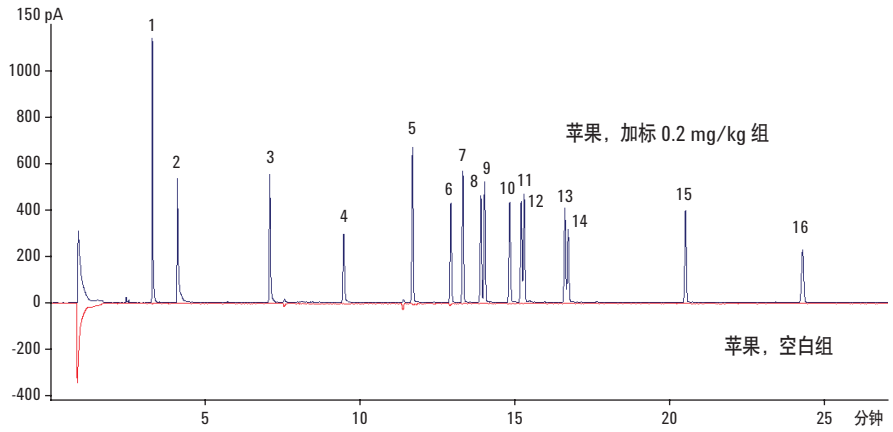


图 2.　0.2 mg/kg 加标样品和空白样品色谱图

表 4.　加标量为 0.2 mg/kg 的 16 种有机磷农药的回收率

峰编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
回收率 (%)	91	83	100	106	102	96	96	96	95	95	94	97	92	97	94	100

结论

安捷伦 7820 系列 GC-FPD 能完成对有机磷农药的高灵敏度和高选择性测量。FPD 检测器为大多数这类含磷化合物在低浓度范围 10-1000 ppb，提供了良好的线性和重现性。

参考文献

1. NY_T 761.1-2004, Determination method for multi organophosphorus pesticides in vegetables and fruits.
2. Jiming Ye *et al,* Introduction of maximum residues limits in China, (2000) Pesticide Science and Management.

更多信息：
www.agilent.com/chem/cn

Email：
customer-cn@agilent.com

查找当地的安捷伦客户中心：
www.agilent.com/chem/contactus:cn

安捷伦客户服务中心免费专线：
800-820-3278

本文中信息、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，2011

2011 年 12 月 15 日，中国印刷
5990-9590CHCN

Agilent Technologies