

经验交流

# 不同柱前压控制方式对毛细管气相色谱法 分离测定多种有机磷农药的效果比较

周 昱 刘胜利

(厦门进出口商品检验局 厦门 361012)

庄无忌

(中国商检技术研究所 北京 100025)

## 1 前言

1992 年美国惠普(HP)公司推出了带有电子压力控制(EPC)功能的毛细管分流/不分流进样口,这种新型进样口系统能够以电子压力编程(EPP),恒流(CF)、恒压和真空补偿等多种方式来控制柱前压,具有诸多优点。本文仅就用 EPC 的 EPP 和 CF 两种不同的柱前压控制方式,对分离测定多种有机磷农药的效果进行初步的探讨和比较。

## 2 实验部分

HP5890 I GC 仪,带有 EPC 功能的毛细管分流/不分流进样口,配火焰光度检测器(FPD,磷滤光片),HP3365B 化学工作站,HP Desk Jet 500 打印

机。BP-10 (25m × 0.22mm × 0.35μm) 和 HP-101 (25m × 0.2mm × 0.2μm)弹性石英毛细管柱。敌百虫等 22 种有机磷农药标准品配成合适浓度的混合溶液。色谱操作条件为:空气 100mL/min,氢气 70mL/min,尾吹气 35mL/min,柱温程序均为 60℃,停留 2min,以 10℃/min 速率程序升温至 200℃后,再以 2℃/min 继续升至 250℃。载气为高纯氮气,压力控制方式如下所述。

## 3 结果与讨论

食品中多种有机磷农药残留量的毛细管气相色谱分离测定方法国内外已有一些文献报道<sup>[1~3]</sup>。但获得的检测灵敏度和色谱峰的分离度均需进一步提高。而带有 EPC 功能的新型毛细管分流/不分流进

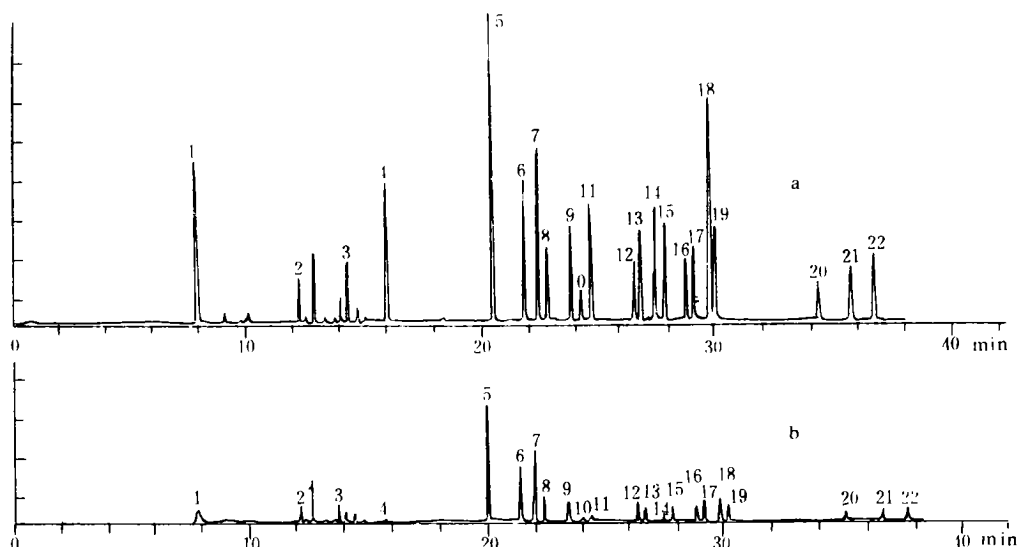


图 1 BP-10 分离测定 22 种有机磷农药比较 (FPD)

a. EPP 方式:起始柱前压 345kPa,停留 0.5min 后以 683kPa/min 降至 62kPa,再以 2kPa/min 升至 145kPa。b. CF 方式:起始柱前压 61kPa。峰号 1~22 农药同表 1。

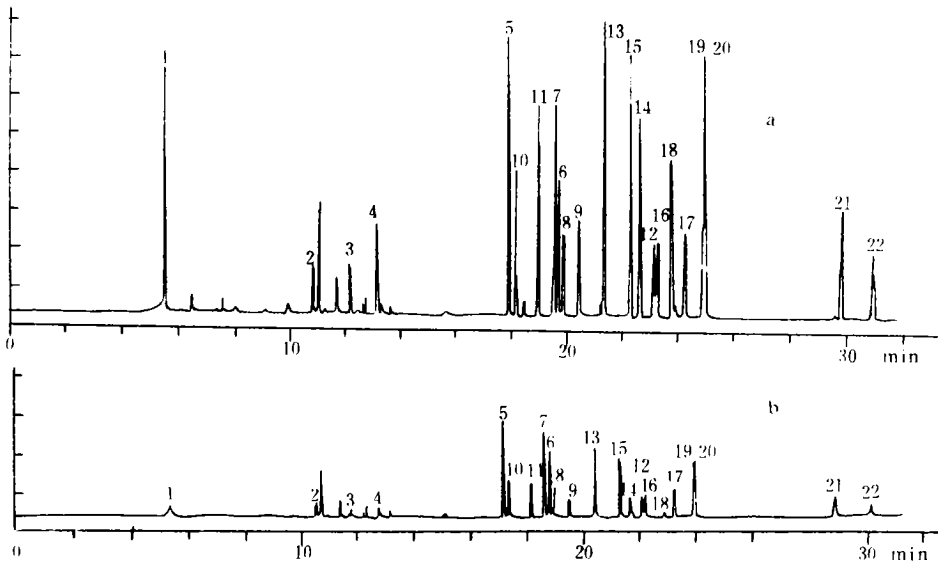


图2 HP-101 分离测定 22 种有机磷农药比较 (FPD)

a. EPP 方式: 起始柱前压 345kPa, 停留 0.5min 后以 683kPa/min 降至 69kPa, 再以 1.4kPa/min 升至 114kPa, 保持 6min. b. CF 方式: 起始柱前压 69kPa. 峰号 1~22 农药同表 1.

样口在这方面的应用尚少见报道, 作者曾以 CF 控制方式初步研究了果蔬中 20 种有机磷农残的 CGC 测定法<sup>(4)</sup>. 在 EPP 方式中, 为增加样品进入毛细管柱的绝对量, 减少样品分解和样品歧视, 在进样一开始即设定一个较高的柱前压, 通常为 345~621kPa. 待样品进入色谱柱(进样后约 0.5~1.0min)再将柱前压迅速释放至相当于 CF 方式的水平, 并根据 CF 方式中柱前压随柱温的增大趋势来设置柱前压增大的速率, 直至分析过程结束. 有时也可以将柱前压设置为恒定或降低的速率, 以达到提高相邻两种被测组分之间的色谱分离度的目的.

本试验在选定的色谱条件下, 无论 CF 或 EPP 方式均取 1 $\mu$ L 同一标准混合液, 以不分流方式进样, FPD 检测, 获得色谱图分别比较列于图 1 和图 2. 由图 1 和图 2 可见, 在选定的色谱条件下, EPP 和 CF 两种不同控制方式对多种有机磷农药的分离效果以及完成一次分离所需的时间差别不大, 但对农药的检测灵敏度却有相当明显的差异.

表 1 列出了用 EPP 和 CF 两种不同控制方式获得的各种有机磷农药色谱峰高的比值. 由此可知, 以 BP-10 毛细柱分离测定 22 种有机磷农药, 用 EPP 方式获得的色谱峰高比 CF 方式要高出 2.4~18.5

表 1 EPP 和 CF 方式的效果比较

No	农药名称	$H_{EPP}/H_{CF}$		No	农药名称	$H_{EPP}/H_{CF}$	
		BP-10	HP-101			BP-10	HP-101
1	敌百虫	11.0	22.0	12	毒死蜱	3.0	3.0
2	治螟磷	2.4	3.3	13	甲基对硫磷	6.5	4.3
3	敌敌畏	5.7	6.0	14	马拉硫磷	10.6	10.6
4	甲胺磷	18.5	8.0	15	杀螟硫磷	5.6	4.4
5	甲拌磷	2.6	2.9	16	乙基对硫磷	4.3	3.3
6	二嗪农	2.7	2.1	17	甲基异柳磷	3.5	3.1
7	地虫磷	2.6	2.6	18	水胺硫磷	10.0	21.0
8	乙拌磷	2.5	2.4	19	稻丰散	5.4	4.4
9	异刺稻瘟净	4.0	4.3	20	啶硫磷	4.7	
10	久效磷	5.0	4.0	21	乙硫磷	5.3	5.0
11	乐果	10.7	5.6	22	三硫磷	4.5	6.0

倍,其中敌百虫、甲胺磷、乐果、马拉硫磷、水胺硫磷的峰高增加最为明显;而以 HP-101 毛细柱分离测定时,EPP 方式获得的色谱峰高比 CF 方式高 2.1~22 倍,敌百虫、甲胺磷、马拉硫磷峰高增加明显。这一结果对食品中多种有机磷农药残留量的分析工作具有相当重要的现实意义,但产生这一结果的原因还有待进一步探讨。

**关键词** 毛细管气相色谱,电子压力控制,毛细管分流/不分流进样口,有机磷农药

**参考文献**

- 1 Sumoto M M. 食品卫生学杂志,1984;25:410
- 2 Martindale W R. Analyst, 1988;113(8):1229
- 3 李 聪,朱 宏,叶永茂. 色谱,1989;7(1):30
- 4 庄无忌,周 昱,色谱,1994;12(3):201

## Comparison for the Results of Different Inlet Pressure Control Mode to Separation and Determination of Multiorganophosphorus Pesticides by Capillary Gas Chromatography (CGC)

Zhou Yu and Liu Shengli

(Xiamen Import & Export Commodity Inspection Bureau, Xiamen, 361012)

Zhuang Wuji

(China Import & Export Commodity Inspection Technology Institute, Beijing, 100025)

A new type of capillary split/splitless inlet that equipped with Electron Pressure Control (EPC) has been used for separation and determination of multiorganophosphorus pesticides by CGC. The results for comparison of the signal response got from two different inlet control modes showed that the response from the Electron Pressure Programming (EPP) mode was 2.1~22.0 times higher than that from the Constant Flow (CF) mode on BP-10 and HP-101 capillary columns.

**Key words** capillary gas chromatography, electron pressure control, capillary split/splitless inlet, multiorganophosphorus pesticides

### 《第十次全国色谱学术报告会》在南京召开

由中国化学会色谱专业委员会、中国分析测试协会色谱学会和中国色谱学会共同举办的第十次全国色谱学术报告会及仪器展示会于 1995 年 4 月 21~25 日在南京召开。与会代表 350 人,除来自全国各地外,也有 2 位外国学者,他们是日本东京理科大学教授中村洋,瑞士 CAMAG 的 D. E. Jaenchen 教授。10 人作了大会报告,其他代表分别在五个会场作了小会报告和专题讨论。参加仪器展示的有 51 个厂家,大部分厂家举办了技术讲座。

录入论文集的论文 430 余篇,其中:色谱基础理论 26 篇、气相色谱 156 篇、液相色谱 150 篇、离子色谱 12 篇、薄层色谱 52 篇、毛细管电泳 15 篇、仪器及其它 14 篇。大会评选出优秀论文 12 篇。这些论文充分反映了我国近两年在色谱理论研究、色谱于各个领域的应用及色谱新技术、新方法等方面的最新进展。

会议期间,代表们进行了广泛而深入的学术交流。并一致认为这次会议是我国色谱界又一次规模大、水平高的学术盛会,它对我国色谱科学的发展和色谱科技队伍水平的提高,必将产生积极的推动作用。

(国家色谱研究分析中心 许国旺)