

关键字

气相色谱
卤素选择性检测器
农药
多氯联苯

在 1991 年匹兹堡分析
化学和应用实验室光谱会
议上展出, 芝加哥市, 伊利诺
斯州, 1991 年 3 月
4-8 日



评估采用气相色谱配置卤素选择性 检测器筛选农药和多氯联苯

简介

检测和定量环境中的和其生成样品中合成的卤化有机物质, 是格外重要的化学分析内容。这些物质的持续性和毒性已经被记录在案了, 监测它们的存在, 保护人类和动物免受其害, 是十分必要的。要检测这些物质, 基于只需要极少的样品制备和基体净化过程的残留筛选方法已经制定出来, 其分析速度是很快的。然后这些筛选出来的样品采用配置了选择性检测器的气相色谱进行分析。

检测器是多种多样的, 包括价格, 易用性, 灵敏度和绝对选择性。虽然灵敏度和绝对选择性是两个不同的参数, 但是灵敏度取决于选择性。换句话说, 在特定样品基体中的检测器的灵敏度, 由于检测器的物理或化学的选择性, 可能受到干扰物质的影响。基于这个理由, 一个检测器的检测限可以归类为最低检测限和最低可检测浓度 (也称为方法检出限)。最低检测限等效于检测器的灵敏度 (例如, 分析物的最低响应等于基线标准偏差的 2-3 倍), 而最低可检测浓度, 根据一些定义, 是能够生成高达 10 倍基体背景的分析物的最小量。这样, 一个很灵敏的检测器, 在特定样品基体中, 能够得到高的方法检出限。

这里展示的, 是被认为适合分析和选择性地检测环境样品中的含氯农药和多氯联苯 (PCB) 的两个检测器。一个检测器是操作于标准的优化条件下的 Ni^{63} 电子捕获检测器 (ECD), 而另一个是操作于卤素模式 (X-模式) 的电解电导率检测器 (ELCD)。

仪器

所有的色谱分析采用 5890 系列 II GC (Hewlett-Packard 公司, Avondale, PA), 配置一个分流/不分流注入口, 操作于不分流模式。对于所有的分析, 注入口的温度保持在 250°C。一根 30m * 0.53mm 内径的 DB1710 毛细柱 (J&W Scientific, Folsom, CA), 炉温程序为, 140°C 保持 0.5 分钟, 然后以 5°C/分钟上升至 280°C。

采用 ECD, 一个 Ni^{63} 检测器 (Hewlett-Packard, Avondale, PA), 分析农药和 PCB, 使用氩气和甲烷作为尾吹气。ECD 的响应机理已经十分明了, 不需要在这份文章中谈论了。

作为对比, 采用一个操作于卤素模式的 4420 型 ELCD (OI 分析仪器公司, College Station, TX) 检测器进行分析。超纯的氢气作为反应气体

以 100mL/分钟的流速进入一个镍反应管线。由于需要分析 PCB，对于所有的分析物，反应温度维持在 1000℃。

ECLD 的操作原理，主要部件是（1）溶剂去离子系统，提供稳定流速（30 μ L/分钟）的 1-丙醇到电导率检测器池组件，（2）柱/高温分解反应器接口，通过载气入口管线连接到池组件，和（3）镍催化反应管。

对于 ELCD，从色谱柱子洗脱出来的物质通过反应管，产生无机物质从而检测卤素物质。载气和无机副产品传输到检测器池，接触到溶剂。电解产生的物质溶解在溶剂中，导致要检测的电导率的增加，其比例于样品中卤素的量。由于只有强的电解液能够导致在 1-丙醇溶剂中可以测量到的电导率的改变，因此，在卤素模式，只对于反应器的副产品，卤化氢产生响应。

结果和探讨

比较 ECD 和 ELCD 的分析结果。从色谱图中可见，ECD 容易受到背景干扰物的影响，导致“脏”的色谱。而 ELCD，不存在背景噪声，能够快速和准确地识别要分析的物质。

随着水、食品和土壤中的农药和 PCB 的允许浓度限的不断下降，基体干扰已经成为了一个明显的问题。选择性相比于灵敏度来说，对于基体干扰提供了一个更为可行的解决办法。

结论

已经证实，ELCD 用于筛选“脏”的样品基体以进行卤代农药和 PCB 的分析，是一个强有力的工具。在样品制备过程中，消除了或避免了一些特定的净化步骤，来自非分析物质的亲电子试剂的干扰可能导致不准确的分析结论。



P.O. Box 9010
College Station, Texas 77842-9010
Tel: (979) 690-1711 • FAX: (979) 690-0440 • www.oico.com