

# 利用GC/MS选择离子检测分析水中的有机磷和有机氮类除草剂

## 简介

实验室采用气相色谱/质谱联用仪 (GC/MS) 监测水中痕量的除草剂, 通常利用选择离子检测 (SIR) 技术, 以增加定量分析的灵敏度。根据分析标准, 精密度很大程度上仅由自动进样器及其它仪器影响决定。然而在现实分析中, 样品带来了更大的挑战。在后面的例子中, 基质效应对灵敏度和精密度均产生了不利的影响。

通常, 该类分析采用柱上进样的方式, 传统的 (热) 不分流进样方式可能导致热不稳定物质损失。柱上进样的实际缺点通常表现为分离度降低, 并且由于滞留带快速的转变成基质的污染物质, 从而导致峰拖尾。色谱性能可能通过清洗或者

更换滞留带得到恢复, 但是这将需要消耗时间, 并且需要操作者高超的操作技能。

在程序不分流进样过程中, 样品被引入到冷的 (石英) 进样口装有石英或硅烷化玻璃棉的衬管中。该填充的衬管具有比柱上进样通常使用的滞留带大得多的样品容量。样品进样后, 进样口快速升温将分析物转移至色谱柱头上。相对于传统不分流进样将样品暴露于快速气化的条件而言, 该方法将样品引入到相对温和的条件。该方法消除了样品与热的金属注射器接触引起样品分解的情况。该方法的另外一个好处是, 同样的实验设置也可用于大体积注射溶剂清洗。

## 结果

在接下来的例子中, 采用程序化的不分流进样, 对河水中加标 (50ppb) 的提取样品进行了12次分析。色谱条件见表1所列, 典型的SIR谱图见图1所示。该12次重复进样使用先前已经注射了40至50次样品的衬管, 先前的进样包括大体积进样技术, 尽管这样, 数据的精密度 (表2) 依然没有变化趋势, 整个分析过程的色谱峰分离质量并没有发生改变。

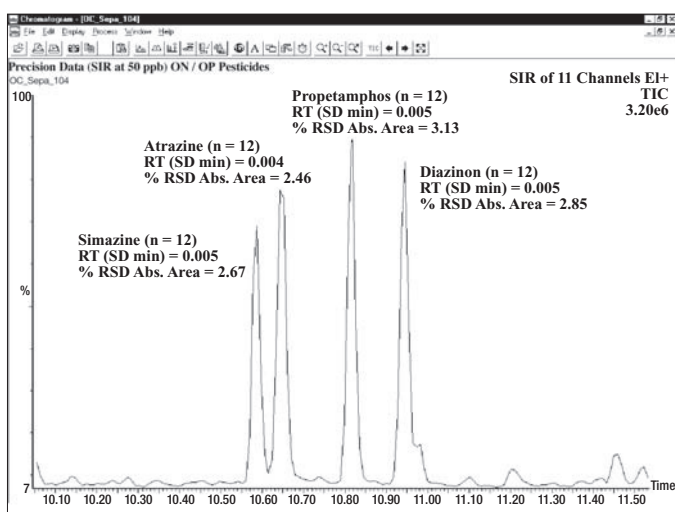


Figure 1. SIR chromatogram of herbicides in water.

表1 仪器条件: 下面的条件可以用于任何最近的PerkinElmer® GC/MS系统 (自动系统XL/TurboMass Gold or Clarus® 500 GC/MS)。

<b>气相色谱</b>	
色谱柱	Elite-5ms; 30 m x 0.25 mm ID x 0.25 µm film thickness (5%-Diphenyl)
载气	He, 1.0mL/min恒流
炉温	60° C, 3min, 25° C/min到200° C, 然后4° C/min到260° C, 保持6.4min
PSS (程序分流/不分流进样温度)	初始温度60° C, 100° C/min升至260° C
分流流速	在-0.5min时0mL/min, 3min后50mL/min
<b>质谱仪</b>	
采集模式	选择离子检测 (SIR)
监测质量	137,138,173,179,186,194,200,201,215,236,304
驻留时间	0.04s
溶剂延迟	5min
传输线温度	225° C
离子源温度	150° C

表2. 除草剂成分总结报告: 加标50 ppb除草剂河水的重复进样分析结果

Simazine (m/z 201)		Atrazine (m/z 200)		Propetamphos (m/z 194)		Diazinon (m/z 179)		
保留时间	积分面积	保留时间	积分面积	保留时间	积分面积	保留时间	积分面积	
10.587	15491	10.651	22801	10.817	14653	10.945	22237	
10.596	15040	10.661	23339	10.826	15385	10.954	20246	
10.587	15167	10.652	23914	10.817	14746	10.945	20937	
10.587	15505	10.652	23264	10.826	15055	10.955	21302	
10.587	14726	10.651	23572	10.817	15206	10.954	21991	
10.587	15281	10.651	23449	10.826	15805	10.945	21662	
10.587	15093	10.652	24337	10.817	15143	10.955	22422	
10.587	15784	10.652	23709	10.826	15611	10.955	22216	
10.587	15439	10.651	23970	10.817	16119	10.945	21941	
10.587	15537	10.651	23623	10.826	14768	10.954	22040	
10.587	16306	10.652	24893	10.817	15715	10.945	21877	
10.578	15743	10.643	24522	10.817	15790	10.945	21775	
平均值	10.588	15426	10.652	23783.24	10.821	15333	10.950	21721.04
SD	0.005	411	0.004	584.17	0.005	479	0.005	619.48
RSD %	0.05	2.67	0.04	2.46	0.04	3.13	0.05	2.85

PerkinElmer, Inc.

珀金埃尔默仪器 (上海) 有限公司

地址: 上海 张江高科技园区 张衡路1670号

邮编: 201203

电话: 021-60645888

传真: 021-60645999

www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表, 请访问[http:// www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs](http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs)

版权所有 ©2013, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。