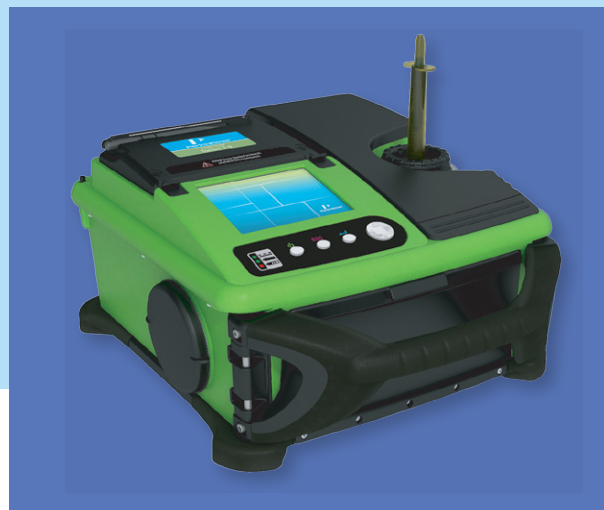


使用便携式气相色谱质谱仪 快速确定和表征红茶样品中 痕量有机氯农药



Torion T-9 Portable GC/MS

多年以来，已有多种分析仪器演化成了能在现场使用的便携式或手持式类型，包括X荧光光谱仪，激光诱导击穿光谱仪，拉曼光谱仪，傅立变换叶红外和近红外分析仪。然而，将小型化后的便携式气相色谱质谱仪（GC / MS），使其具备实验室仪器分析性能，是一个更大的挑战。以前大部分的尝试都使用全自动的方法，它们不需要任何类型的样品前处理或样品进样配件。因此，如果样品需要复杂的前处理或必须通过精细程序进入气相色谱仪中，那将大大减小便携式仪器的实用性价值。

在本技术文献中，我们使用新型的Torion T-9便携式气相色谱质谱系统来快速确定和表征红茶中的有机氯农药，测试结果表明全部分析时间不到10分钟。

Torion T-9 便携式气相色谱质谱技术

该系统及其在现场实时分析中的适用性已在公开文献^[1, 2]中早有所描述。然而，最新的一些技术改进已经采用直接接触加热的低热质（LTM）色谱柱取代了常规毛细管柱。这种色谱柱提供了各点相同的热分布，但实际上消除了传统色谱柱技术的冷点。从而提高了在高温下，高沸点化合物中半挥发性有机物的色谱分离效率。

质谱仪采用环形离子阱质谱配置，与其他质谱设计相比，它非常适合小型化。新型的质谱仪能产生较大的离

子捕集量，得到高离子容量，低噪音级和良好的质谱性能。离子阱质谱仪根据目标分析物不同可加热至 175-210°C，并在真空下运行。这使得电极长时间保持干净，减少了维护频繁。Torion T-9 气相色谱质谱技术详细说明请参考以下引文^[3]。

样品准备模块

通过使用由锂电池供电，耐用而紧凑的SPS3前处理工作站，便携气相色谱质谱技术在现场实时使用的性能得到进一步提高^[4]。快速样品前处理模块的选择包括固相微萃取（SPME）模块，用于固体分析的加热顶空（HS）模块，用于气态样品的针式捕集阱（NT）模块。用于液体的吹扫捕集（P & T）和热脱附（TD）模块，以及用于添加内标（IS）的内标模块。使用这些灵活的采样方法，系统可以轻松地在特定采样点下，使样品制备和分析达到不同的应用要求。

现在让我们更详细地了解一下，使用该仪器快速测定红茶中有机氯农药的测定和表征。

红茶中有机氯农药的表征方法

分析食品，水或土壤样品中的有机氯农药，毛细管气相色谱技术是应用最广泛的技术。美国环保署《资源保护和恢复法案》8081B 法规中，通常使用带有电子捕获检测器（ECD）检测器的熔融石英毛细管柱，来确定来自环境固体和液体基质的提取物中各种有机氯农药的浓度^[5]。然而，大多数这类农药在单次分析中都无法确定，因为许多化合物的化学和色谱特征会导致一些目标分析物在复杂样品基质中共流出。因此，气相色谱质谱技术通常是分离和定量有机氯农药的首选方法。

在这次实验中，我们将 20 克干红茶浸在 500 毫升的热水中，并在 22°C 下放置 4 天。然后，在 15mL 样品中加入表 1 所示的七种不同有机氯农药的三个不同标准浓度加标（A, B, C），其沸点在 275°C 和 425°C 之间。

先将固相微萃取纤维在 220°C 下做 60 分钟的加热预处理。在 22°C 下将纤维放在样品液体中浸泡提取，用搅拌器以 300 rpm 搅拌 10 分钟。然后，将提取后的纤维用去离子水无振动地冲洗 10 秒钟。样品在 270°C 下进样，保持 40 秒（15 秒内不分流进样）。注射后，用去离子水洗涤纤维 30 秒并在 270°C 条件下进行加热老化 30 秒（在气相色谱仪进样口中）。质谱仪和气相色谱仪的色谱分离参数条件见表 2 和表 3。

表 1. 本次研究中所使用的有机氯农药的浓度范围

序号	名称	样品 A 浓度 (ppb)	样品 B 浓度 (ppb)	样品 C 浓度 (ppb)
1	氟草胺	4	40	200
2	六氯环己烷	2	20	100
3	七氯	2	20	100
4	二甲基敌草索	4	40	200
5	环氧七氯	2	20	100
6	异狄氏剂	2	20	100
7	甲氧滴滴涕	2	20	100

表 2. 测定红茶中有机氯农药的 Torion T-9 质谱参数

质谱仪的操作条件	
质谱仪	环形离子阱质谱仪
电离源	电子轰击离子源
质谱仪工作温度	200°C
质量数范围	45-500 amu
分辨率	< 0.5 m/z at 300 amu
质谱仪扫描速率	10-15 scan/s
检测器	电子倍增器

表 3. 测定红茶中有机氯农药的气相色谱参数

气相色谱分离条件	
进样类型	分流 / 不分流进样
进样器温度	290°C, 预运行分流关闭, 前 20s 不分流
传输管温度	270°C
离子阱温度	190°C
色谱柱 (Restek®, State College, PA)	MXI™ -5: 弱极性固定相, 二苯基二甲基聚硅氧烷; 5m × 0.1mm × 4 μm
初始温度 / 保留时间	50°C 下保持 10 s
升温速率	2°C/s
最终温度 / 保持时间	300°C 下保持 150 s

结论

在野外远程严酷环境下，对空气，水和固体样品中挥发性和半挥发性有机化合物的痕量分析的需求不断增大。文中研究表明，通过便携式气相色谱质谱技术和快速样品前处理技术相结合可以实现实验室级仪器的性能。这两种新技术的组合能在各种环境下进行定量和定性的分析，可为非技术性和无分析经验的操作人员提供快速，可行的数据。本应用文献证实，Torion T-9 便携式气相色谱质谱仪能在 10 分钟内定性并表征出红茶中高沸点有机氯农药。

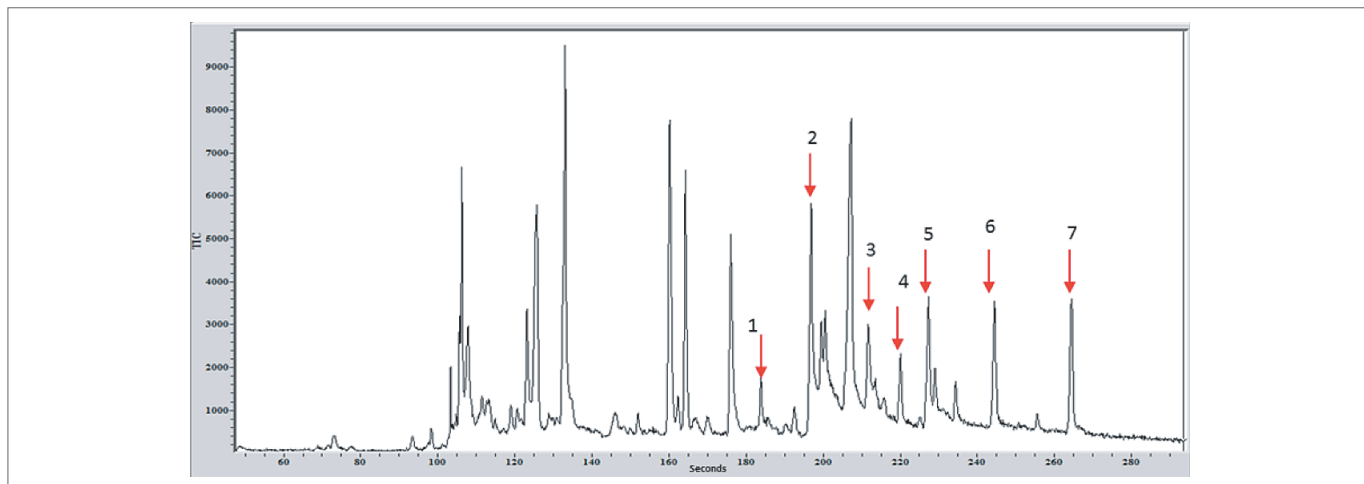


图 1. 7 种有机氯农药样品 B 的总离子色谱图（农药的特征和浓度见表 1）

参考文献

1. Hand-Portable Gas Chromatograph-Toroidal Ion Trap Mass Spectrometer (GC-TMS) for Detection of Hazardous Compounds; J. A. Contreras et.al., Journal of American Society of Mass Spectrometry, Vol 19, Issue 10, p 1425-14, (2008).
2. Trace Analysis in the Field Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry; T. V. Truong et.al., Scientia Chromatographica, 6(1):13-26, (2014).
3. Torion T-9 Portable GC/MS Product Note, https://www.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/PRD_Torion-T-9-GCMS_012311B_01.pdf.
4. SPS-3 Sample Preparation Module for Torion T-9, [http://www.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/PRD_Sample_Prep_Station\(013095_01\).pdf](http://www.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/PRD_Sample_Prep_Station(013095_01).pdf).
5. EPA Test Method 8081B: The Analysis of Organochlorine Pesticide Compounds by GC Capillary Column Technology, United States Environmental Protection Agency, Revision 2, 2007: <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/8081b.pdf>.

珀金埃尔默企业管理（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

要获取我们全球办公室的完整列表，请访问 www.perkinelmer.com/ContactUs

©2017, PerkinElmer, Inc. 版权所有。保留所有权利。PerkinElmer® 是 PerkinElmer, Inc. 的注册商标。所有其他商标均为其各自所有者的财产。所有解释权归PerkinElmer。

013323_CHN_01 PKI



欲了解更多信息，
请扫描二维码关注我们的
微信公众账号