

缩短毛细管 GC 的分析时间（其二）

—使用短毛细管柱的农药分析—

伴随着分析试样的多样化、分析项目以及分析试样数量的增加，人们对提高分析效率的关心也随之增高。为提高气相色谱仪的分析效率，缩短分析时间是最简便的解决措施。为此，考虑到缩短色谱柱，增加流量，提高柱温等若干方法。本应用文集介绍利用内径 0.22mm×长 8m 以下的短毛细管柱缩短有机氯类和有机磷类的分析时间的实例。

一般，与通常的长毛细管柱相比，短的毛细管柱的固定相绝对量相对较少，因此色谱柱的试样负载量比较小。另外，短毛细管柱，与通常的长毛细管柱相比，低沸点化合物的保留能力低，高沸点化合物的洗脱也变快。

多数情况下，农药分析要求低浓度分析。另外，农药多为较高沸点化合物，洗脱要求高温。农药的种类非常多，使用同一个前处理法进行提取，提纯比较困难。每单个成分~十数成分左右

就必须改变提取法、提纯法。因此，农药适于用固定相绝对量少、高沸点化合物洗脱快的短毛细管柱进行分析。

以前，农药分析常用内径 0.25~0.53 mm，长 15~30 m 的毛细管柱，一般分析时间需 20 分以上。

使用内径 0.22 mm×长 25 m 的毛细管柱，对 BHC，狄氏剂、DDT 等具代表性的有机氯类农药混合试样进行的无分流分析实例，如图 1 所示。使用内径 0.22 mm×长 8 m 的短毛细管柱分析同样试样的实例如图 2 所示，使用内径 0.22 mm×长 4 m 的短毛细管柱的分析例如图 3 所示。从图中可知，4 m 和 8 m 柱的分析时间都在 25 m 柱的 1/3 以下，分析时间非常短。8 m 柱与 4 m 柱相比，分离有所提高，但分析时间有所增长。4 m 和 8 m 柱的分析都因柱短而分离能力下降，然而其中 13 种成分分离良好。

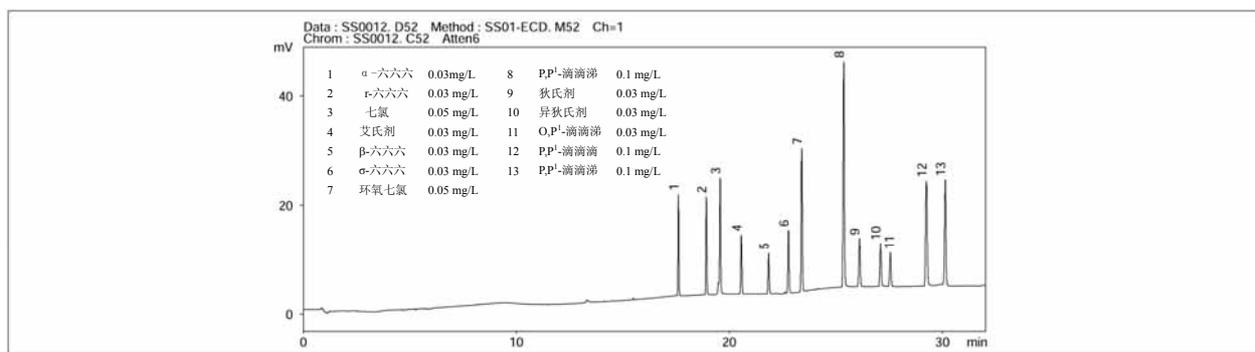


图 1 有机氯类农药混合标准溶液的色谱图（柱长 25m，0.03~0.1mg/L）

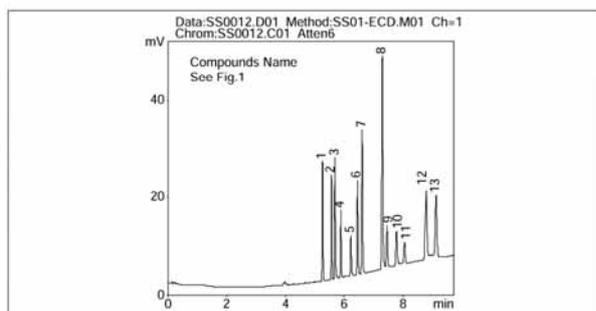


图 2 有机氯类农药混合标准溶液的色谱图
(柱长 8m，0.03-0.1mg/L)

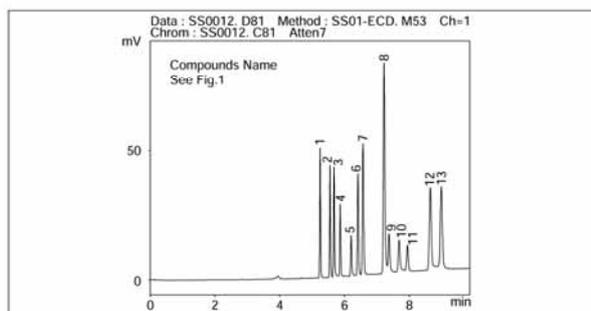


图 3 有机氯类农药混合标准溶液的色谱图
(柱长 4m，0.03-0.1mg/L)

使用内径 0.22 mm×长 30m 的短毛细管柱无分流分析具代表性的有机磷类农药混合试样的实例如图 4 所示。使用内径 0.22 mm×长 8 m 的短毛细管柱分析同样试样的实例如图 5 所示，使用内径 0.22 mm×长 4 m 的短毛细管柱的分析例如图 6 所示。即使是有机磷类农药混合试样，使用 4 m 和 8 m 柱的分析时间也都在 30 m 柱的 1/3 以下,分析时间非常短。与有机氯类农药分析时同样，8 m 柱与 4 m 柱相比，分离有若干提高，而分析时间有若干延长。两种柱分离能力都有下降，然而，有机磷类农药 12 种成分的分

比较良好。

在实际的环境试样时，有时含有提纯无法除尽的基质，有可能出现使用短毛细管柱不能分离的成分。只有在用短毛细管柱不能分离的成分出现时，使用 25~30 m 的毛细管柱再分析，或者，使用 GC/MS 进行确认试验会进一步提高分析效率。

以筛选分析为目的时，灵活运用短毛细管柱，能极大地提高分析效率。

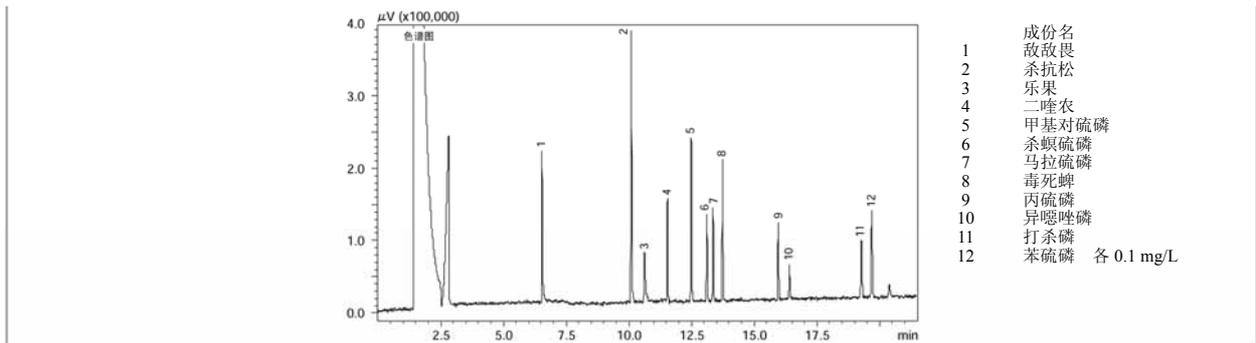


图 4 有机磷类农药混合标准溶液的色谱图（柱长 30m, 0.1mg/L）

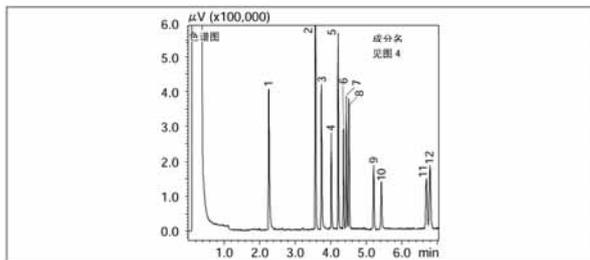


图 5 有机磷类农药混合标准溶液的色谱图
(柱长 8m,0.1mg/L)

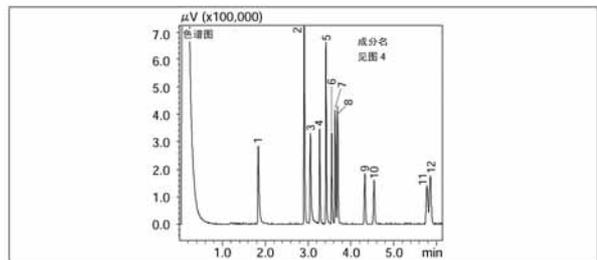


图 6 有机磷类农药混合标准溶液的色谱图
(柱长 4m,0.1mg/L)

表 1 分析条件（图 1）

柱	CBP10(相当于 OV-1701)0.22mm×25m,df=0.25μm
柱温度	60℃(2min)→10℃/min→200℃→2℃/min→250℃
载气	He,180kPa(2.5mL/min)
进样温度	200℃,检测器: ECD, 检测温度: 250℃
无分流法	(进样时间: 1min),进样量: 1μL

表 2 分析条件（图 2）

柱	CBP10(相当于 OV-1701)0.22mm×8m,df=0.25μm
柱温度	60℃(1min)→30℃/min→200℃→3℃/min→230℃
载气	He,150kPa(4.7mL/min)
进样温度	200℃,检测: ECD, 检测温度: 250℃
无分流法	(进样时间: 1min),进样量: 1μL

表 3 分析条件（图 3）

柱	CBP10(相当于 OV-1701)0.22mm×4m,df=0.25μm
柱温度	60℃(2min)→30℃/min→200℃→3℃/min→230℃
载气	He,40kPa(2mL/min)
进样温度	200℃,检测器: ECD, 检测温度: 250℃
无分流法	(进样时间: 1min),进样量: 1μL

表 4 分析条件（图 4）

柱	DB-1 0.25mm×30m, df=0.25μm
柱温度	60℃(1min)→20℃/min→180℃→7℃/min→260℃
载气	He,120kPa(1.5mL/min)
进样温度	250℃,检测器: FPD 2010, 检测温度: 260℃
无分流法	(进样时间: 1min),进样量: 1μL

表 5 分析条件（图 5）

柱	CBP1 0.22mm×8m, df=0.25μm
柱温度	60℃(1min)→40℃/min→190℃→7℃/min→260℃
载气	He,150kPa(4.7mL/min)
进样温度	250℃,检测器: FPD 2010, 检测湿度: 260℃
无分流法	(进样时间: 1min),进样量: 1μL

表 6 分析条件（图 6）

柱	CBP1 0.22mm×4m, df=0.25μm
柱温度	60℃(1min)→50℃/min→180℃→7℃/min→260℃
载气	He,50kPa(2.3mL/min)
进样温度	250℃,检测器: FPD 2010, 检测温度: 260℃
无分流法	(进样时间: 1min),进样量: 1μL