

气相色谱仪在农业生产中的应用前景分析

闫兵

(辽宁石油化工大学 职业技术学院, 辽宁 抚顺 113001)

摘要: 色谱法是一种重要的分离分析方法,它是利用不同物质在两相中具有不同的分配系数,当两相做相对运动时,这些物质在两相中进行多次反复分配而实现分离。气相色谱法是流动相为气体的一类色谱分析法。为此,对气相色谱仪在农业生产中的应用前景进行了分析。在农业生产中常用气相色谱仪检测蔬菜中有机磷、有机氯、菊酯类及氨基甲酸酯类等农残,且在农业等许多领域都有着广阔的应用前景。

关键词: 气相; 色谱; 检测; 农业

中图分类号: S237

文献标识码: A

文章编号: 1003-188X(2009)11-0209-03

0 引言

色谱法是一种重要的分离分析方法,它是利用不同物质在两相中具有不同的分配系数,当两相做相对运动时,这些物质在两相中进行多次反复分配而实现分离。在色谱技术中,流动相为气体的叫气相色谱,流动相为液体的叫液相色谱。根据色谱法原理制成的仪器叫色谱仪。目前,主要有气相色谱仪和液相色谱仪。

色谱法的本质在于色谱柱高选择性的分离作用和高灵敏度检测技术的结合。混合组份的样品在色谱柱中的分离依据是:同一时刻进入色谱柱的各组份,由于在流动相和固定相之间溶解、吸附、渗透或离子交换的不同,随流动相在色谱柱中运行时,在两相之间进行反复多次的分配过程,使得原来分配系数具有微小差别的各组份,产生了保留能力明显差异的效果,进而各组份在色谱柱中的移动速度不同。经过一定长度的色谱柱后,彼此分离开来,最后按顺序流出色谱柱而进入检测器,在色谱数据处理机或工作站上显示出各组份的色谱行为和谱峰数值。基于上述原理建立的分析方法称为色谱法,气相色谱法是流动相为气体的一类色谱分析法。

1 气相色谱仪在农业生产中的应用

在农业生产中常用气相色谱仪检测蔬菜中有机磷、有机氯、菊酯类及氨基甲酸酯类等农残。下面介绍一下气相色谱仪在应用时的几个技术要点。

1.1 采样过程中的技术要点

一是采样人员应不少于2人,采样袋应干净,防止水、灰尘的污染。二是采样量一定要充足,一般不少于1kg,单株大于0.5kg的不少于10个,单株大于1kg的不少于5个,采样时应及时去除蔬菜上的土、黏附物及烂萎叶片。三是抽样方式:在大田中根据情况用对角线、五点梅花、棋盘式等方式采样,不少于5个点;在市场散装蔬菜堆分上、中、下3层取样,同一个蔬菜样应从同一摊位上抽取。四是采完样回实验室应马上做样,在冷藏箱中最多放置2~3d,如要长期保存应放置在-20℃的冰箱中。

1.2 制样过程中的技术要点

制样过程也就是蔬菜样品的前处理,只有做好这项工作才能确保检测结果的准确。对有机磷类农残的检测前处理分提取、盐析、浓缩3个步骤,而对菊酯类等农残检测前处理分提取、盐析、净化、浓缩4个步骤。在前处理操作中,必须要注意以下几点:①取样时,不能只取单株样品,应取混合样,打碎所有样品后用四分法,各取对角两部分样品,混匀后称样。②前处理过程中需要使用多种实验器具,必须要保证这些器具的清洁,如玻璃器皿必须经溶剂浸泡清洗风干后才能使用,而且是一次使用,不能混用,这样才能确保实验器具不被污染。③前处理过程中需要使用多种化学试剂,如丙酮、正己烷等,最好使用农残级化学试剂。④提取和盐析的时间要按照标准进行,时间太短溶液扩散不充分,容易引起水溶性农药如甲胺磷等损失过大,影响回收率。⑤浓缩时水浴锅的温度不能过高,氮吹不能过快,不能将样品吹干,应在近干时取出自然晾干,否则对甲拌磷等蒸气压高、沸点低、易分解的农药回收率影响大。⑥样品净化时,活化、上样及

收稿日期: 2009-01-12

作者简介: 闫兵(1975-),女,辽宁台安人,讲师,在读硕士, (E-mail) yanbing7510@163.com

洗脱过程必须确保小柱的吸附剂处于溶剂中,不能让吸附干涸,也不能净化过快,造成净化不彻底,从而影响回收率,应以液滴连续下滴但不成线为宜;洗脱完成后可在小柱上方用洗耳球加正压,使其中目标物全部流出。

1.3 上机检测过程中的技术要点

1.3.1 色谱柱是农残分离的核心

现在经常使用的是玻璃毛细管柱 DB-17, DB-1701 和 HP-5。一般情况下 DB-17 和 HP-5 对有机磷类农药分离较好, DB-1701 对有机氯、菊酯类农药分离较好。但不同的色谱柱对几种农药有一定的吸附性,如 DB-1701 柱对百菌清、DB-17 对氧化乐果吸附比较严重,影响检测质量,这时应更换色谱柱来检测。色谱柱在使用一段时间后,容易为杂质所污染,影响检测质量,这时就需要反接清洗和在柱最高温度下烘烤,如还不行的话,应把柱进样口端 1m 左右的柱子切掉。

1.3.2 进样口及进样技术是关键

进样口中的衬管很重要,做农残时衬管中玻璃毛要少放一些或者不放,这时衬管很容易脏,出峰就不好,这时就应马上更换新衬管。注射器内壁也很容易被污染,用一段时间后应及时清洗。进样分为自动进样器进样和手动进样,手动进样时应注意慢吸快排,反复多次吸排,赶出气泡。进样速度要快,注射完样品后立即开始采集数据。

1.3.3 检测器性能对定量结果很重要

现在经常使用的检测器是 ECD, FPD 和 NPD 做蔬菜农残实验。ECD 和 FPD 检测器对农药响应值高,而 NPD 检测器根据卤珠新旧及电压响应值发生变化且对有机磷类农药响应值不高。

2 气相色谱法的开发

2.1 样品来源及其预处理方法

GC 直接分析的样品必须是气体或液体,固体样品在分析前应当溶解在适当的溶剂中,而且要保证样品中不含 GC 不能分析的组份(如无机盐)或可能会损坏色谱柱的组份。

这样,在接到一个未知样品时,就必须了解它的来源,估计可能含有的组份,以及样品的沸点范围。一般讲,溶剂应具有较低沸点,从而使其容易与样品分离。尽可能避免用水、二氯甲烷和甲醇作溶剂,它们对延长色谱柱的使用寿命不利。如果用毛细管分析,应注意样品浓度不要太高,以免造成柱超载,通常样品的浓度为 mg/mL 级或更低。

如果样品中有不能用 GC 直接分析的组分,或样品浓度太低,就必须进行必要的预处理。预处理包括采用一些预分离手段,如各种萃取技术、浓缩方法和提纯方法等。

2.2 确定仪器配置

所谓仪器配置就是用于分析样品的方法采用什么进样装置,什么载气,什么色谱柱及什么检测器。例如,要用 GC 分析啤酒的挥发性成分,就需要一个顶空进样器,要测定水中痕量含氯农药的残留量,就要用电子俘获检测器。就色谱柱而言,常用的固定相有非极性的 OV-1(SE-30),弱极性的 SE-54,极性 OV-17 和 PEG-20M 等,可根据极性相似相容原理来选用,即分离一般脂肪烃类(如柴油或汽油)时多用 OV-1(SE-30)。分析醇类和酯类(如含酒精饮料)多用 PEG-20M,分析农药残留量则多用 OV-17 或 OV-1701;而要分析特殊的样品,如手性异构体,就需要特殊的色谱柱,对于很复杂的混合物,SE-54 往往是首选的固定相。

2.3 定性鉴定

所谓定性,就是确定色谱峰的归属,对于简单样品,可根据准物质对照用保留值确定色谱图上的峰哪个是要分析的峰。

定性时必须注意,在同一色谱柱上,不同化合物可能有相同的保留值,所以对未知物的定性仅仅用一个保留数据是不够的,双柱或多柱保留数值定性是 GC 中较为可靠的方法,因为不同化合物在不同色谱柱上具有相同保留值的几率要小的多。

2.4 定量分析

常用方法有:峰面积(峰高)百分法、归一化法、内标法、外标法和标准加入法(叠加法)。峰面积(峰高)百分比法最简单也最不准确,只做粗略定量。

不同化合物在同一条件下,同一检测器上的响应因子往往不同,故须用标准样品测定响应因子进行校正后,方可得到准确的定量结果,故其他几种方法均需校正。归一化法较为复杂,它要求样品中所有组分均出峰且要求所有组分的标准品才能定量,故很少采用。外标法是采用最频繁的方法,只要用一系列浓度的标准样品做出工作曲线(样品量或浓度对峰面积或峰高作图),就可在完全一致的条件下对求知样品进行定量分析,只要待测组分出峰且分离完全即可,而不考虑其他组分是否出峰和分离安全。但是外标法定量,分析条件必须重现,特别是进样量。

3 结束语

气相色谱仪特别适用于农药、化肥、医药、防疫、

环保、商检、食品、饮料、酒类、饲料、石化、煤炭、染料、精细化工等敏感行业中质量监督检测与控制,在农业等许多领域都有着广阔的应用前景。

参考文献:

- [1] 林锦实. 检测技术及仪表 [M]. 北京: 机械工业出版社, 2008: 52-63
- [2] 张毅, 张宝芬, 曹丽, 等. 自动检测技术及仪表控制系统 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 117-125

Foreground Analysis of Instrument of Gas Chromatography Applied in Agricultural Production

Y an B ing

(Vocational Institution, Liaoning Shihua University, Fushun 113001, China)

Abstract Chromatography is an important method of separation and analysis. It depends on different substances in the two phases having different coefficients. When the two-phase do the relative movement, these substances in the two phase repeat several times to achieve separation of distribution. Gas chromatography is a method of chromatography for mobile phase for gas. Gas chromatography is commonly used in detection of organic phosphorus, organic chlorine, pyrethroid and carbamate pesticide residues in vegetables in agricultural production. Gas chromatography is especially suitable for sensitive sectors of quality supervision, inspection and control. This shows that gas chromatography has a wide application prospect in agriculture and many other fields.

Key words gas phase; chromatography; detect; agriculture

(上接第 208页)

Abstract ID: 1003-188X(2009)11-0206-EA

Wireless Data Collection Instrument in the Temperature Acquisition System

W u Shihong¹, Chen Ying¹, Wang Juncheng²

(1. College of Information and Electrical Engineering, Shenyang Agricultural University, Shenyang 110161, China; 2. Beijing Wanwei Yingchuang Technology Co., Ltd, Beijing 100088, China)

Abstract Currently, ground-source heat pump system for its significant advantages, such as energy-saving and environmental protection in China has been developing rapidly, which has played a key role for building an energy-saving and environmental protection society. In the application process, how to ensure that geothermal energy in a controlled state of the heat pump system is the basis of a long-term stable operation. The application of W5100WK wireless data acquisition instrument achieved accurate, real-time acquisition of the heat pump system in which the temperature geothermal field, which provides accurate data for further simulation operations.

Key words ground source heat pump; acquisition instrument; geothermal field