

124 种农药的毛细管 GC-FTD, GC-ECD 分析(其三)

-DB-5 柱的分离-

应用文集 NO.194 中介绍了非极性柱(BD-1)的 124 种农药的分离。本次应用文集中介绍微极性柱 (DB-5)的 124 种农药的分离。

将农药(有机氯类, 有机磷类, 有机氯类农药)溶解于丙酮中制成 0.5~2mg/L 的混合溶液, 进样 2 μ L 于 GC。检测器使用 ECD 和 FTD。

图 1 是使用 FTD 测定的 124 种农药的色谱图(全图), 图 2~4 是图 1 的部分放大图。还有, 图 5

是使用 ECD 测定的 124 种农药的色谱图(全图), 图 6~8 是图 5 的部分放大图。合并两种检测器的分析结果, 以 EPN 为基准的相对保留时间(EPN 为 30 分)如表 2 所示。

使用 DB-5 同时分离 124 种农药较困难, 但通过与上回的应用数据所介绍的 DB-1 和 DB-1301 的信息相对照, 有望提高未知农药的推断和定性准确度。

表 1 分析条件

装置	: GC-17AAFwFtEver. 3, AOC-20i	检测器	: FTD17, ECD-17
色谱柱	: DB-5 (30m \times 0.25mmI. D df=0.25 μ m)	进样温度	: 280 $^{\circ}$ C
柱温	: 50 $^{\circ}$ C (1min)-20 $^{\circ}$ C/min-120 $^{\circ}$ C -5 $^{\circ}$ C/min-300 $^{\circ}$ C (10min)	检测温度	: 300 $^{\circ}$ C
载气	: He, 150Kpa	进样方式	: 高压无分流 (300Kpa, 1min)
		进样量	: 2 μ L

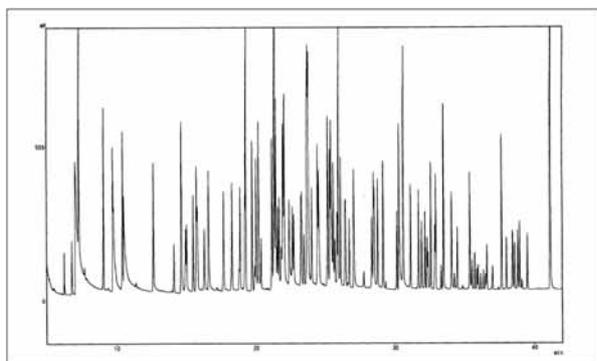


图 1 使用 DB-5 的 124 种农药的色谱图(FTD, 全图)

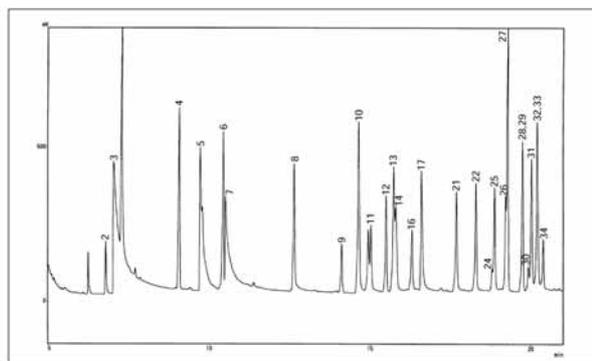


图 2 使用 DB-5 的 124 种农药的色谱图(FTD, 放大图)

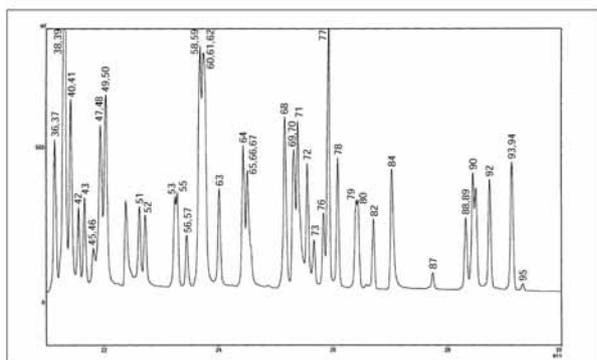


图 3 使用 DB-5 的 124 种农药的色谱图(FTD, 放大图)

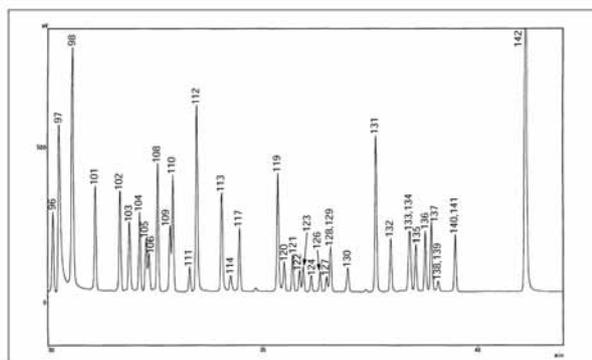


图 4 使用 DB-5 的 124 种农药的色谱图(FTD, 放大图)

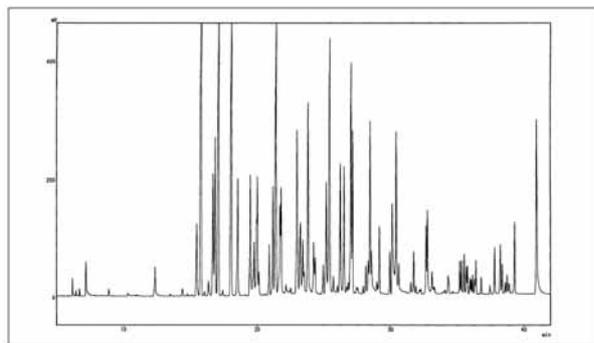


图5 DB-5 的 124 种农药的色谱图(ECD, 全图)

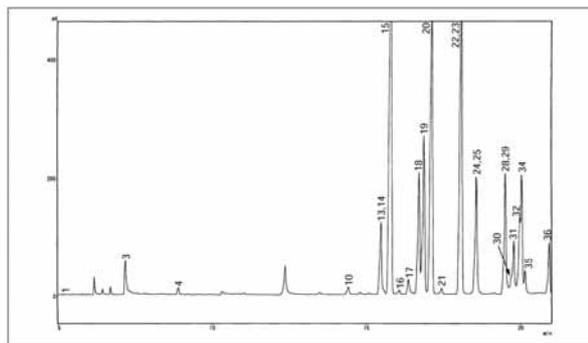


图6 DB-5 的 124 种农药的色谱图(ECD, 放大图)

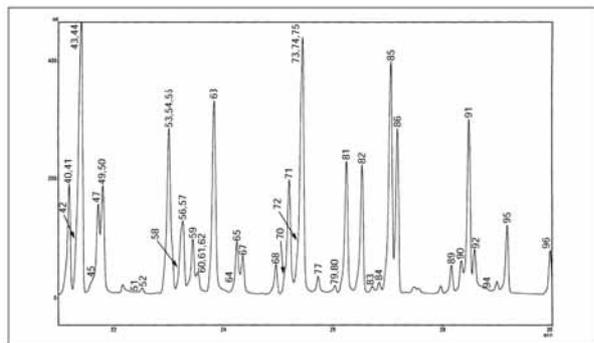


图7 DB-5 的 124 种农药的色谱图(ECD, 放大图)

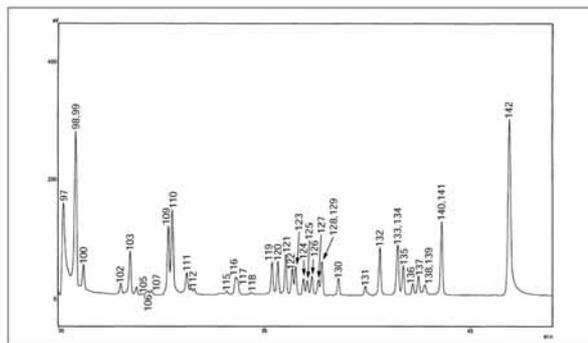


图8 DB-5 的 124 种农药的色谱图(ECD, 放大图)

表 2 DB-5 的 124 种农药的相对保留时间(EPN 的保留时间为 30 分钟)

峰 NO	成分名	期对保留时间	峰 NO	成分名	期对保留时间	峰 NO	成分名	期对保留时间	峰 NO	成分名	期对保留时间
1	二氯乙丙醚	4.968	37	灭虫威	20.705	73	丙草胺	25.156	109	氯氟氰菊酯-2	32.157
2	甲胺磷	6.455	38	禾草威	20.833	74	狄氏剂	25.179	110	异噁菌醇	32.266
3	敌敌畏	6.816	39	虫螨磷	20.833	75	滴滴伊(P,P')	25.179	111	氟酯菊酯	32.634
4	扑草灭	8.777	40	甲基毒虫畏(E)	20.916	76	苯敌快	25.391	112	吡唑硫磷	32.806
5	百维灵	9.258	41	抑菌灵	20.997	77	腈菌唑	25.389	113	双苯三唑醇-1	33.389
6	高灭磷	9.999	42	杀草丹	21.119	78	氟硅唑	25.532	114	双苯三唑醇-2	33.588
7	苏达灭	10.081	43	马拉硫磷	21.214	79	环唑醇-1	25.854	115	氯菊酯-1	33.589
8	异丙威	12.224	44	艾氏剂	21.259	80	环唑醇-2	25.872	116	氯菊酯-2	33.841
9	丁苯威	13.701	45	异丙甲草胺	21.299	81	异狄氏剂	25.984	117	哒螨酮	33.841
10	灭克磷	14.262	46	乙霉威	21.357	82	氟唑虫清	26.148	118	抗倒胺	34.178
11	氯苯胺灵	14.594	47	甲基毒虫畏(Z)	21.428	83	乙酯杀螨醇	26.369	119	Ca+estrole	34.670
12	噁虫威	15.057	48	倍硫磷	21.459	84	斗索磷	26.475	120	氟氯氰菊酯-1	34.799
13	氟乐灵	15.288	49	对硫磷	21.581	85	滴滴滴(P,P')	26.709	121	氟氯氰菊酯-2	34.983
14	硫线磷	15.353	50	毒死蜱	21.581	86	滴滴滴(O,P')	26.846	122	氟氯氰菊酯-3	35.146
15	六六六(α)	15.696	51	噻唑酮磷-1	22.091	87	丙氧灭锈胺	27.168	123	氟氯氰菊酯-4	35.222
16	氟乐灵	15.931	52	噻唑酮磷-2	22.191	88	环草定	27.800	124	氯氟菊酯-1	35.422
17	乐甲	16.185	53	毒虫畏(α)	22.776	89	斗索散	27.802	125	卤醚菊酯	35.493
18	噻节因	16.568	54	环氧七氯	22.829	90	丙环唑-1	27.940	126	氯氟菊酯-2	35.620
19	六六六(β)	16.749	55	胺硝草	22.829	91	滴滴滴(P,P') ¹	28.111	127	氯氟菊酯-3	35.751
20	六六六(γ)	17.012	56	啶班肟-1	22.958	92	丙环唑-2	28.178	128	氯氟菊酯-4	35.861
21	特丁磷	17.285	57	克菌丹	23.038	93	戊唑醇	28.537	129	氟氟戊菊酯-1	35.861
22	二嗪农	17.840	58	丙胺磷	23.133	94	噻醚草胺	28.537	130	氟氟戊菊酯-2	36.255
23	六六六(β)	17.940	59	毒虫畏(β)	23.162	95	敌菌丹	28.810	131	噻胺苯醚	36.904
24	七氟菊酯	18.314	60	稻丰散	23.271	96	稗草畏	29.518	132	氟戊菊酯-1	37.265
25	氧嘧啶磷	18.421	61	唑菌醇	23.271	97	吡虫啉	29.697	133	氟戊菊酯-2	37.684
26	杀虫威	18.807	62	啶啉磷	23.271	98	苯硫磷	30.000	134	氟胺菊酯-1	37.684
27	抗芽威	18.807	63	灭螨猛	23.592	99	氟氯菊酯	30.159	135	氟胺菊酯-2	37.806
28	噻吩草胺	19.250	64	多效唑	23.884	100	开乐散	30.248	136	啶啉唑-1	38.042
29	赛克津	19.305	65	啶班肟-2	23.976	101	吡唑胺	30.490	137	啶啉唑-2	38.179
30	噻草平	19.515	66	野天多	23.986	102	呋吡唑灵	31.048	138	溴氟菊酯-1	38.348
31	甲基对硫苯	19.593	67	杨菌胺	24.027	103	伏杀磷	31.306	139	苜草唑	38.348
32	甲基立枯磷	19.692	68	草胺磷	24.610	104	蚊蝇醚	31.501	140	溴氟菊酯-2	38.737
33	甲萘威	19.743	69	氟酰胺	24.748	105	苯噻草胺	31.681	141	四溴菊酯	38.737
34	七氯	19.879	70	三环唑	24.772	106	Cyhalofop-butyl	31.707	142	酰胺唑	40.352
35	甲草胺	19.906	71	丙硫磷	24.892	107	氯氟菊酯-1	31.765			
36	杀螟硫磷	20.705	72	氟啉菌	24.997	108	虫螨脲	31.899			

参考文献: 第四届环境化学讨论会 讲演要旨集 P556-557(1995)

日本分析化学会第 48 年会 讲演要旨集 P306(1999)