

124 种农药的毛细管 GC-FTD, GC-ECD 分析(其四) -DB-17 柱的分离-

在此之前的应用文集(G-194, G-197, G-198)中,介绍了使用非极性柱(DB-1)、微极性柱(DB-5)和中极性柱(DB-1301)进行的 124 种农药的分离。本应用文集介绍使用中极性柱(DB-17)进行的 124 种农药的分离。

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

图 1 是使用 FTD 的 124 种农药的色谱图(全

图),图 2~4 是图 1 的部分放大色谱图。此外,图 5 是使用 ECD 的 124 种农药的色谱图(全图),图 6~8 是图 5 的部分放大色谱图。综合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-17 同时分离 124 种农药较困难,但通过与前次应用文集介绍的 DB-1, DB-5 和 DB-1301 的信息相对照,可推测未知农药和提高定性的精确度。

表 1 分析条件

装置	: GC-17A AFwFtEver 3, AOC-20;	检测器	: FTD-17, ECD-17
柱	: DB-17 (30m $\times$ 0.25mm I.D. df=0.25 μ m)	进样器温度	: 280 $^{\circ}$ C
柱温	: 50 $^{\circ}$ C (1min)-20 $^{\circ}$ C/min-120 $^{\circ}$ C -5 $^{\circ}$ C/min-280 $^{\circ}$ C (15min)	检测器温度	: 300 $^{\circ}$ C
载气	: He, 150Kpa-5kPa/min-350kPa	进样方式	: 高压无分流 (300kPa, 1min)
		进样量	: 2 μ L

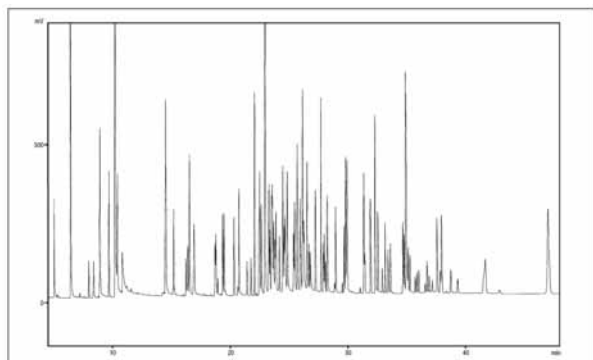


图 1 使用 DB-17 的 124 种农药的色谱图(FTD, 全图)

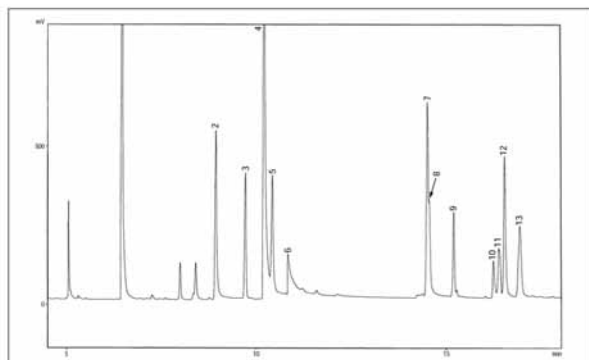


图 2 使用 DB-17 的 124 种农药的色谱图(FTD, 放大图)

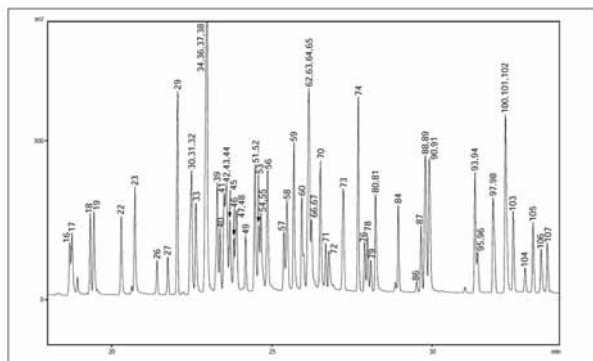


图 3 使用 DB-17 的 124 种农药的色谱图(FTD, 放大图)

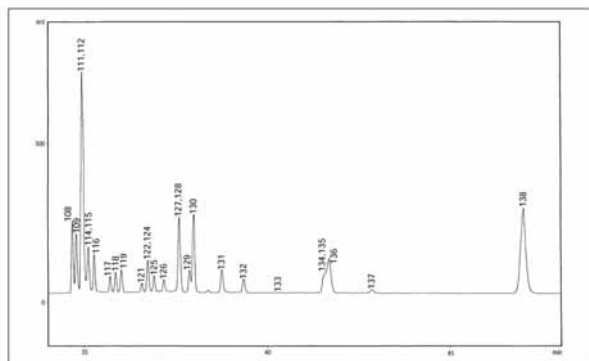


图 8 使用 DB-17 的 124 种农药的色谱图(FTD, 放大图)

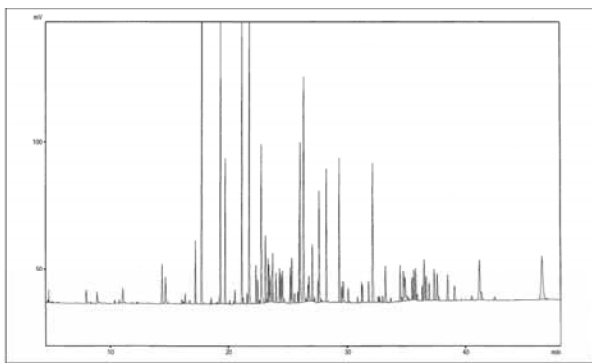


图5 使用 DB-17 的 124 种农药的色谱图(ECD, 全图)

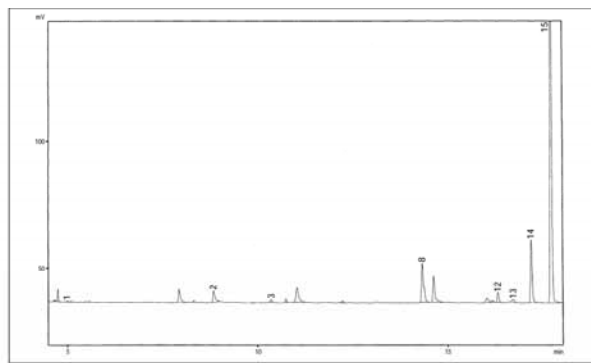


图6 使用 DB-17 的 124 种农药的色谱图(ECD, 放大图)

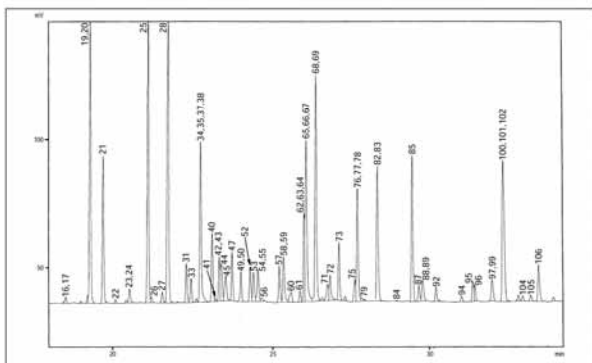


图7 使用 DB-17 的 124 种农药的色谱图(ECD, 放大图)

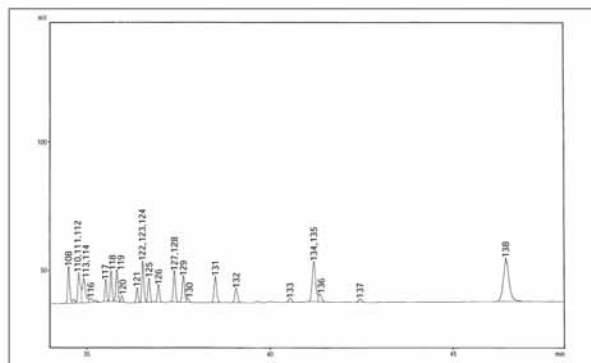


图8 使用 DB-17 的 124 种农药的色谱图(ECD, 放大图)

表2 DB-17 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	二氯乙醚	5.199	37	异丙甲草胺	21.300	73	氟唑虫清	25.288	109	双苯三唑醇-1	32.280
2	敌敌畏	8.246	38	噻草平	21.340	74	氟唑啉	25.288	110	氯菊酯-1	32.411
3	扑草灭	8.920	39	乙霉威	21.552	75	乙酯杀螨醇	25.676	111	吡虫啉	32.418
4	甲胺磷	9.459	40	毒死蜱	21.598	76	腈菌唑	25.777	112	吡啶硫磷	32.418
5	苏达灭	9.652	41	杀草丹	21.692	77	异狄氏剂	25.777	113	氯菊酯-2	32.566
6	百维灵	9.959	42	对硫磷	21.807	78	环唑醇	25.892	114	哒螨酮	32.566
7	高灭磷	13.444	43	杀螟硫磷	21.807	79	环唑醇	25.973	115	双苯三唑醇-2	32.566
8	氟乐灵	13.452	44	甲基毒虫畏(E)	21.860	80	苯敌快	26.075	116	苯噻草胺	32.732
9	异丙威	14.074	45	马拉硫磷	21.977	81	蚜灭多	26.224	117	氟氯氰菊酯-1	33.115
10	丁苯威	15.193	46	甲萘威	22.107	82	滴滴涕(O, P')	26.365	118	氟氯氰菊酯-2	33.253
11	氯苯胺灵	15.193	47	抑菌灵	22.176	83	滴滴涕(P, P')	26.365	119	氟氯氰菊酯-3	33.399
12	灭虫磷	15.292	48	灭虫威	22.186	84	氟噻菌	26.870	120	卤醚菊酯	33.523
13	硫线磷	15.635	49	胺硝草	22.410	85	滴滴涕(P, P')	27.341	121	氯菊酯-1	33.924
14	氟乐灵	16.061	50	环氧七氯	22.381	86	丙氧天锈胺	27.409	122	氯菊酯-2	34.074
15	六六六(α)	16.593	51	倍硫磷	22.698	87	丙环唑-2	27.541	123	抗倒胺	34.074
16	甲基乙拌磷	17.315	52	甲基毒虫畏(Z)	22.698	88	丙环唑-1	27.658	124	氟氯戊菊酯-1	34.074
17	特丁磷	17.378	53	毒虫畏(α)	22.797	89	丰索磷	27.658	125	氯菊酯-3	34.235
18	噻虫威	17.923	54	唑菌醇	22.898	90	三环唑	27.775	126	氟氯戊菊酯-2	34.481
19	二嗪农	18.012	55	杨菌胺	22.928	91	戊唑醇	27.775	127	cafenstrole	34.863
20	六六六(γ)	18.082	56	丙胺磷	23.045	92	氟氯菊酯	28.054	128	氟胺菊酯-1	34.891
21	六六六(β)	18.448	57	毒虫畏(β)	23.536	93	吡啶胺	28.095	129	氟胺菊酯-2	35.129
22	氧嘧啶磷	18.816	58	多效唑	23.615	94	克瘟散	29.113	130	噻胺苯醚	35.227
23	乐果	19.215	59	啉班肟-1	23.653	95	赛酯菊酯	29.176	131	氟戊菊酯-1	35.956
24	七氯	19.215	60	唑啉磷	23.833	96	噻醚草胺	29.176	132	氟戊菊酯-2	36.499
25	六六六(δ)	19.750	61	丙草胺	24.118	97	稗草畏	29.629	133	溴菊酯-1	37.894
26	噻吩草胺	19.830	62	丙硫磷	24.262	98	环草定	29.638	134	溴菊酯-2	38.522
27	甲草胺	20.146	63	啉班肟-2	24.262	99	氯氟菊酯-1	29.656	135	四溴菊酯	38.522
28	艾氏剂	20.325	64	灭螨猛	24.262	100	氯氟菊酯-2	30.000	136	噻醚唑	38.619
29	抗芽威	20.447	65	噻唑酮磷	24.276	101	敌菌丹	30.000	137	苄草唑	39.730
30	杀虫威	20.829	66	稻丰散	24.297	102	苯硫磷	30.000	138	酰胺唑	43.593
31	甲基乙拌磷	20.875	67	噻唑酮磷	24.343	103	虫螨脒	30.211			
32	禾草威	20.875	68	滴滴涕(P, P')	24.501	104	Cyhalofop-butyl	30.535			
33	甲基对硫磷	20.976	69	狄氏剂	24.577	105	呋吡唑灵	30.772			
34	噻克津	21.290	70	草胺磷	24.608	106	伏杀磷	31.003			
35	噻节因	21.290	71	氟酰胺	24.756	107	蚊蝇醚	31.176			
36	虫螨脒	21.290	72	克菌丹	24.990	108	异噻菌醇	32.184			

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)