

124 种农药的毛细管 GC-FTD、GC-ECD 分析

随着农作物进口量的不断增加,规定了残留限制值的农药数目近年来一直在增加。限制残留农药的分析,多使用 GC 或 GC-MS。为实现高灵敏度且多成分的同时分析,越来越多地使用毛细管柱,但是,实际上,根据农药的种类的不同,需要使用各种不同的毛细管柱和分析条件进行分析,而有关使用同一色谱柱同时分离多种限制残留农药的信息还不多。关于 1995 年以前规定的限制残留农药 86 种成分的分离已在食品农药数据集中介绍过。本应用文集中,以非极性(DB-1)毛细管柱对包括后来追加的限制残留农药在内的 124 种农药的分离,对于分离状况使用 ECD 和 FTD 检测器进行了确认。

使用丙酮溶解农药(有机氯类、有机磷类、有机氮类农药),调制成 0.5~2mg/L 浓度的混合溶液,进样 2 μ L 于 GC 中。

图 1 是使用 FTD 检测器检测的 124 种农药的色谱图(全图)。图 2~4 是图 1 的部分放大色谱。图 5 是使用 ECD 检测器检测的 124 种农药的色谱图(全图),图 6~8 是图 5 的部分放大色谱图。汇集两种检测器的分析结果、并以 EPN 作为基准的相对保留时间(EPN 为 30 分)表示在表 1 中。

使用 DB1 柱不可能同时分离 124 种农药,但它们的相对保留时间的信息,可有效利用于农药分析的筛选分析等。

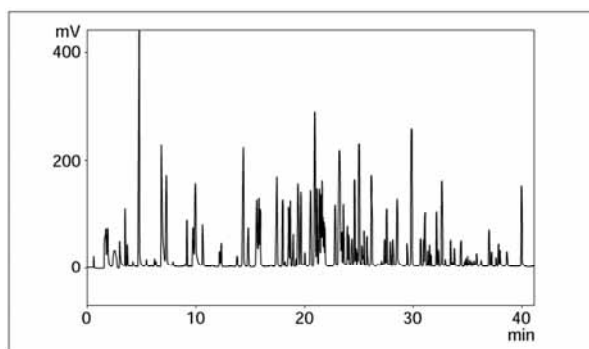


图 1 使用 DB1 的 124 种农药色谱图(FTD 全图)

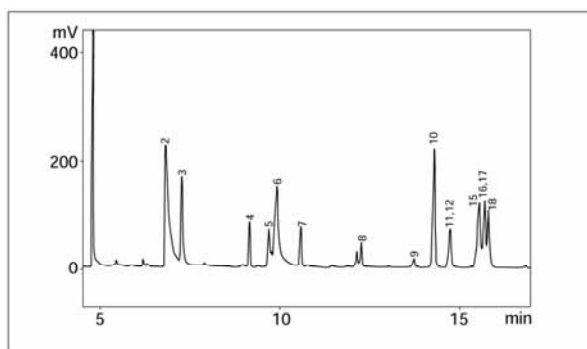


图 2 使用 DB1 的 124 种农药色谱图(FTD、放大图)

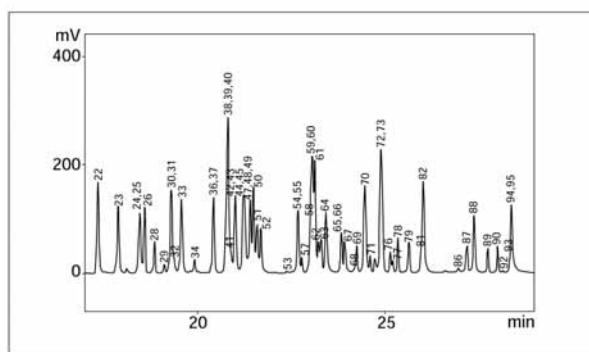


图 3 使用 DB1 的 124 种农药色谱图(FTD 放大图)

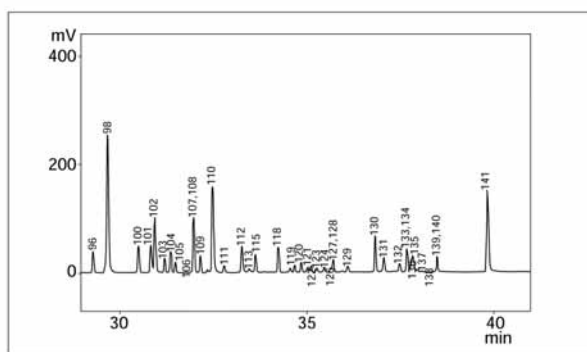


图 4 使用 DB1 的种农药色谱图(FTD 放大图)

表 1 分析条件

装置	: GC-17AFAwFtE ver3 AOC-20i	检测器	: FTD-17, ECD-17
柱	: DB1 30m $\times$ 0.25mm.i.d df=0.25 μ m	进样器温度	: 280 $^{\circ}$ C
柱温度	: 50 $^{\circ}$ C (1min)-20 $^{\circ}$ C/min-120 $^{\circ}$ C -5 $^{\circ}$ C/min-300 $^{\circ}$ C (10min)	检测器温度	: 300 $^{\circ}$ C
载气	: He, 150Kpa	进样方式	: 高压无分流 (300Kpa, 1min)
		进样量	: 2 μ L

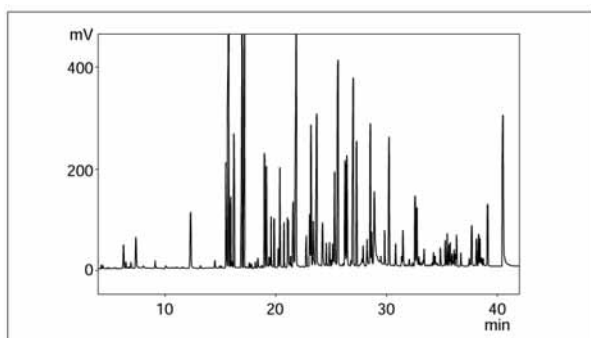


图 5 使用 DB1 的 124 种农药色谱图(ECD, 全图)

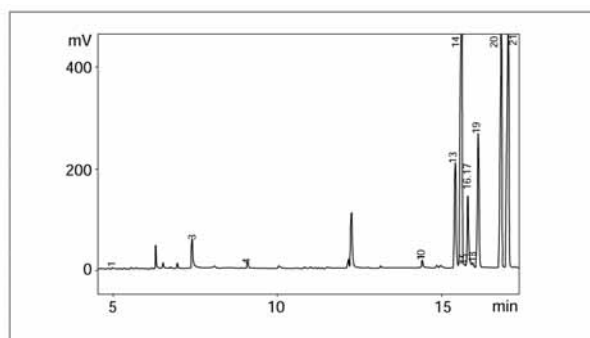


图 6 使用 DB1 的 124 种农药色谱图(ECD, 放大图)

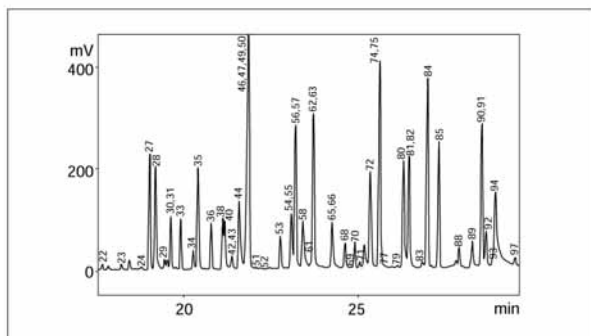


图 7 使用 DB1 的 124 种农药色谱图(ECD, 放大图)

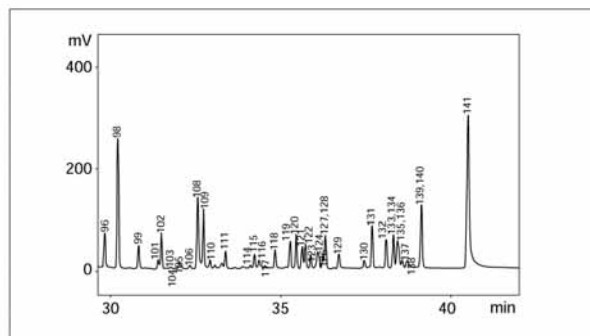


图 8 使用 DB1 的 124 种农药色谱图(ECD, 放大图)

表 1 使用 DB1 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	5.053	37	灭虫威	20.677	73	腈菌唑	25.172	109	氯氟氰菊酯-2	31.900
2	甲胺磷	6.973	38	抑菌灵	20.995	74	狄氏剂	25.427	110	吡啶硫磷	32.788
3	敌敌畏	7.337	39	虫螨磷	21.060	75	滴滴伊 (P, P')	25.427	111	氟氰菊酯	33.167
4	扑草灭	9.179	40	甲基毒虫畏 (E)	21.060	76	苯敌快	25.457	112	双苯三唑醇-1	33.616
5	百维灵	9.827	41	禾草威	21.136	77	丙草胺	25.527	113	双苯三唑醇-2	33.797
6	高灭磷	10.096	42	杀草丹	21.267	78	氟硅唑	25.665	114	氯菊酯-1	33.878
7	苏达灭	10.740	43	马拉硫磷	21.267	79	环唑醇	25.947	115	哒螨酮	33.987
8	异丙威	12.440	44	甲基毒虫畏 (2)	21.469	80	异狄氏剂	26.103	116	氯菊酯-2	34.160
9	丁苯威	13.916	45	倍硫磷	21.502	81	氟唑虫清	26.285	117	抗倒胺	34.300
10	灭克磷	14.472	46	艾氏剂	21.663	82	丰索磷	26.304	118	Cafestrole	34.617
11	氯苯胺灵	14.938	47	对硫磷	21.709	83	乙酯杀螨醇	26.647	119	氟氯氰菊酯-1	35.042
12	恶虫威	14.938	48	乙毒威	21.709	84	滴滴滴 (P, P')	26.778	120	氟氯氰菊酯-2	35.232
13	噻节因	15.443	49	异丙甲草胺	21.709	85	滴滴滴 (O, P')	27.104	121	氟氯氰菊酯-3	35.400
14	六六六 (α)	15.640	50	毒死蜱	21.730	86	丙氧火锈胺	27.264	122	氟氯氰菊酯-4	35.488
15	噻线磷	15.730	51	噻唑酮磷-1	21.882	87	环草定	27.473	123	氯菊酯-1	35.649
16	氟灵	15.864	52	噻唑酮磷-2	21.954	88	克瘟散	27.682	124	氯菊酯-2	35.840
17	乐果	15.896	53	克菌丹	22.632	89	丙环唑-1	28.058	125	氯菊酯-3	35.883
18	甲基乙拌磷	16.021	54	胺硝草	22.952	90	丙环唑-2	28.320	126	氯菊酯-4	36.009
19	六六六 (β)	16.159	55	毒虫畏 (α)	22.952	91	滴滴滴 (P, P') ¹	28.327	127	氯菊酯-5	36.086
20	六六六 (γ)	16.862	56	环氧七氯	23.070	92	敌菌丹	28.439	128	氟氯戊菊酯-1	36.086
21	六六六 (σ)	17.060	57	啉班肟-1	23.070	93	噻唑草胺	28.698	129	氟氯戊菊酯-2	36.481
22	特丁磷	17.573	58	毒虫畏 (β)	23.268	94	吡虫清	28.736	130	噻唑苯醚	37.225
23	二嗪农	18.122	59	稻丰散	23.296	95	戊唑醇	28.736	131	氟戊菊酯-1	37.451
24	氧嘧啶磷	18.695	60	唑恶磷	23.296	96	稗草畏	29.648	132	氟戊菊酯-2	37.869
25	杀虫威	18.700	61	丙胺磷	23.397	97	开乐散	29.261	133	氟胺氰菊酯-1	38.083
26	抗芽威	18.831	62	唑菌醇	23.518	98	苯硫磷	30.000	134	噻唑唑-1	38.083
27	七氟菊酯	18.905	63	灭螨猛	23.549	99	氟氯菊酯	30.634	135	氟胺氰菊酯-2	38.193
28	赛克津	19.075	64	蚜天多	23.698	100	吡蚜胺	30.859	136	噻唑唑-2	38.227
29	噻草平	19.330	65	啉班肟-2	24.094	101	吡吡啶灵	31.192	137	苄草唑	38.329
30	甲基对硫磷	19.514	66	多效唑	24.109	102	伏杀磷	31.258	138	溴氰菊酯-1	38.475
31	噻吩草胺	19.514	67	三环唑	24.218	103	苯噻草胺	31.521	139	溴氰菊酯-2	38.895
32	甲苯威	19.587	68	杨菌胺	24.471	104	蚊蝇醚	31.727	140	四溴菊酯	38.895
33	甲基立枯磷	19.801	69	氟啶菌	24.525	105	Cyhalofop-butyl	31.850	141	酰胺唑	4.0263
34	甲草胺	20.161	70	草胺磷	24.754	106	氯氟氰菊酯	32.116			
35	七氯	20.290	71	氟酰胺	24.869	107	虫螨脒	32.320			
36	杀螟硫磷	20.671	72	丙硫磷	25.172	108	异噻菌醇	32.362			

参考文献 第 4 届环境化学讨论会 讲演要旨集 P.556-557(1995)

日本分析化学年会第 48 届年会 讲演要旨集 P.306(1999)