

キャピラリーGC-FTD, GC-ECDによる124農薬の分析 (その4) DB-17による分離

Analysis of 124 Pesticides Mixture by Capillary GC-FTD and GC-ECD (Part 4) DB-17 Column

これまでのアプリケーションニュース (G-194, G-197, G-198) で、無極性カラム (DB-1), 微極性カラム (DB-5) および中極性カラム (DB-1301) による124農薬の分離について紹介いたしました。今回のアプリケーションニュースでは、中極性カラム (DB-17) における124農薬の分離をご紹介します。

農薬 (有機塩素系, 有機リン系, 有機窒素系農薬) をアセトンに溶解させ0.5 ~ 2 mg/Lの混合溶液とし, 2 μ LをGCに注入しました。検出器にECDおよびFTDを用いました。

Fig.1にFTDによる124農薬のクロマトグラム (全体図)

を示し, Fig.2~4にFig.1の部分拡大クロマトグラムを示しました。また, Fig.5にECDによる124農薬のクロマトグラム (全体図) を示し, Fig.6~8にFig.5の部分拡大クロマトグラムを示しました。両検出器による分析結果をあわせ, EPNを基準とした相対保持時間 (EPNを30分とした) をTable 2に示しました。

124農薬をDB-17カラムで一斉分離することは困難でしたが, 前回のアプリケーションニュースで紹介しましたDB-1, DB-5やDB-1301の情報とあわせることにより, 未知農薬の推定や定性確度の向上が期待できます。

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Model	: GC-17AAFwFiE ver.3, AOC-20i	Det.	: FTD-17, ECD-17
Column	: DB-17(30 m \times 0.25 mm I.D. df = 0.25 μ m)	Inj.Temp.	: 280
Column Temp.	: 50 (1 min) - 20 /min - 120	Det.Temp.	: 300
	: -5 /min - 280 (15 min)	Inj.Method	: High Pressure Splitless(300 kPa, 1 min)
Carrier Gas	: He, 150 kPa - 5 kPa/min - 350 kPa	Inj. Volume	: 2 μ L

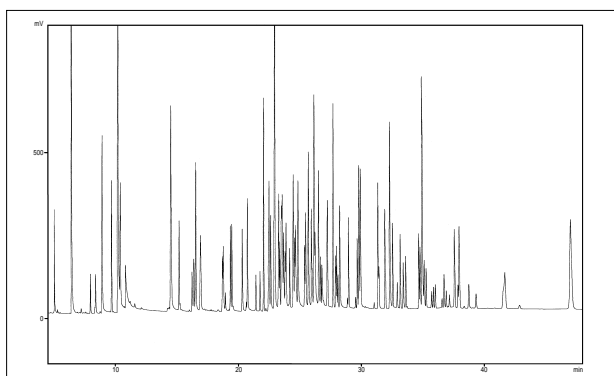


Fig.1 DB-17による124農薬のクロマトグラム (FTD, 全体図)
FTD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-17)

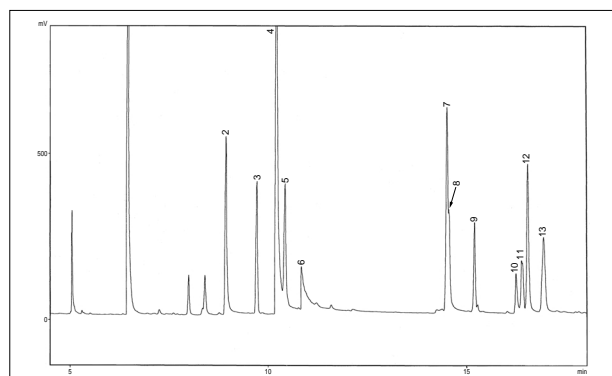


Fig.2 DB-17による124農薬のクロマトグラム (FTD, 拡大図)
FTD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-17)(Enlargement Figure)

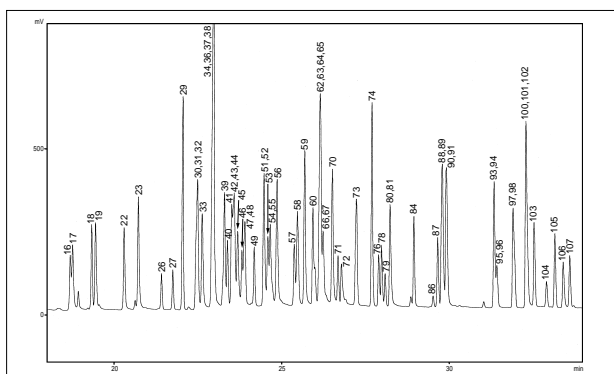


Fig.3 DB-17による124農薬のクロマトグラム (FTD, 拡大図)
FTD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-17) (Enlargement Figure)

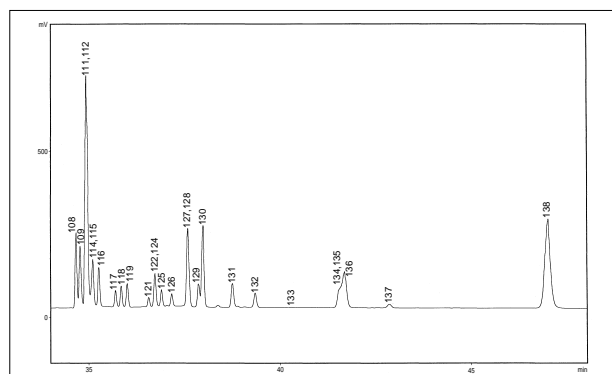


Fig.4 DB-17による124農薬のクロマトグラム (FTD, 拡大図)
FTD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-17) (Enlargement Figure)

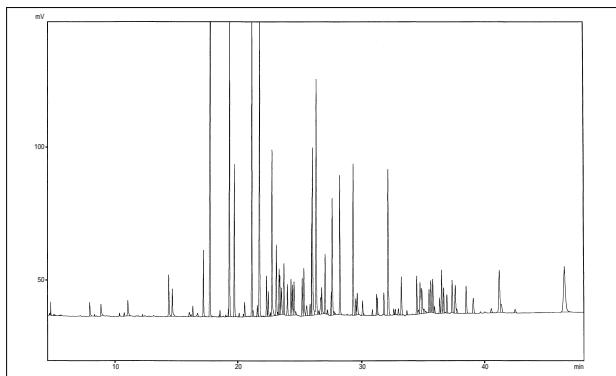


Fig.5 DB-17による124農薬のクロマトグラム (ECD, 全体図)
ECD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-17)

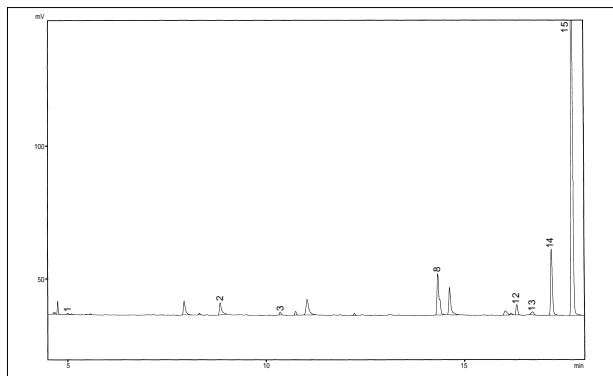


Fig.6 DB-17による124農薬のクロマトグラム (ECD, 拡大図)
ECD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-17) (Enlargement Figure)

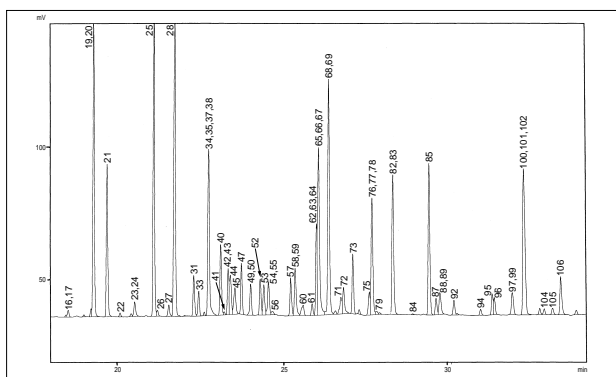


Fig.7 DB-17による124農薬のクロマトグラム (ECD, 拡大図)
ECD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-17) (Enlargement Figure)

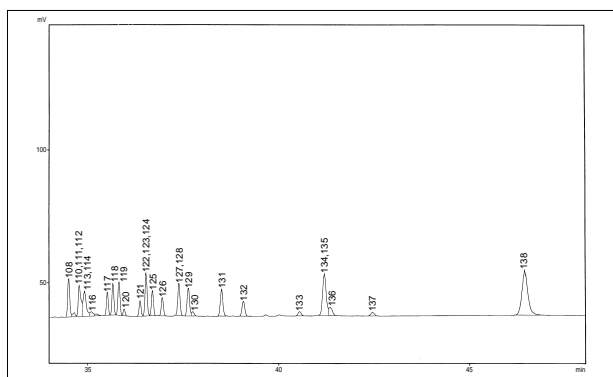


Fig.8 DB-17による124農薬のクロマトグラム (ECD, 拡大図)
ECD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-17) (Enlargement Figure)

Table 2 DB-17における124農薬の相対保持時間 (EPNの保持時間を30分とする)

Relative retention time of 124 pesticides with DB-17 (Standard pesticide : EPN = 30 min)

Peak No.	成分名	相対保持時間	Peak No.	成分名	相対保持時間	Peak No.	成分名	相対保持時間	Peak No.	成分名	相対保持時間
1	DCIP	5.199	36	pirimiphos-methyl	21.290	71	flutoluanil	24.756	105	furametpyr	30.772
2	dichlorvos	8.246	37	metolachlor	21.300	72	captan	24.990	106	phosalone	31.003
3	EPTC	8.920	38	benazone	21.340	73	chlorfenapyr	25.288	107	pyriproxyfen	31.176
4	methamidophos	9.459	39	diethofencarb	21.552	74	flusilazole	25.288	108	fenarimol	32.184
5	butylate	9.652	40	chlorpyrifos	21.598	75	chlorobenzilate	25.676	109	bitertanol-1	32.280
6	propamocarb	9.959	41	thiobencarb	21.692	76	myclobutanil	25.777	110	permethrin-1	32.411
7	acephate	13.444	42	parathion	21.807	77	endrin	25.777	111	acetamiprid	32.418
8	trifluralin	13.452	43	fenitrothion	21.807	78	cyproconazole	25.892	112	pyraclofos	32.418
9	isoprocarb	14.074	44	dimethylvinphos(E)	21.860	79	cyproconazole	25.973	113	permethrin-2	32.566
10	fenobucarb	15.193	45	malathion	21.977	80	difenoquat methyl sulfate	26.075	114	pyridaben	32.566
11	chlorpropham	15.193	46	carbaryl	22.107	81	vamidothion	26.224	115	bitertanol-2	32.566
12	ethoprophos	15.292	47	dichlofluanid	22.176	82	DDT(o,p')	26.365	116	metenacet	32.732
13	cadusafos	15.635	48	methiocarb	22.186	83	DDD(p,p')	26.365	117	cyfluthrin-1	33.115
14	tefluthrin	16.061	49	pendimethalin	22.410	84	fludioxonil	26.870	118	cyfluthrin-2	33.253
15	BHC()	16.593	50	heptachlor epoxide	22.381	85	DDT(p,p')	27.341	119	cyfluthrin-3	33.399
16	thiometon	17.315	51	fenthion	22.698	86	mepronil	27.409	120	halfenprox	33.523
17	terbufos	17.378	52	dimethylvinphos(Z)	22.698	87	propiconazole-2	27.541	121	cypermethrin-1	33.924
18	bendiocarb	17.923	53	chlorfenvinphos()	22.797	88	propiconazole-1	27.658	122	cypermethrin-2	34.074
19	diazinon	18.012	54	triadimenol	22.898	89	fensulfothion	27.658	123	inabentfide	34.074
20	BHC()	18.082	55	trichlamine	22.928	90	tricyclazole	27.775	124	flucythrinate-1	34.074
21	BHC()	18.448	56	isofenphos	23.045	91	tebuconazole	27.775	125	cypermethrin-3	34.235
22	etrimfos	18.816	57	chlorfenvinphos()	23.536	92	bifenthrin	28.054	126	flucythrinate-2	34.481
23	dimethoate	19.215	58	pacllobutrazol	23.615	93	tebufenpyrad	28.095	127	cafenstrole	34.863
24	heptachlor	19.215	59	pyrifenox-1	23.653	94	edifenphos	29.113	128	fluvialinate-1	34.891
25	BHC()	19.750	60	quinalphos	23.833	95	acrinathrin	29.176	129	fluvialinate-2	35.129
26	dimethenamid	19.830	61	pretilachlor	24.118	96	thenylchlor	29.176	130	pyrimidifen	35.227
27	alachlor	20.146	62	prothiofos	24.262	97	pyributicarb	29.629	131	fenvalerate-1	35.956
28	aldrin	20.325	63	pyrifenox-2	24.262	98	lenacil	29.638	132	fenvalerate-2	36.499
29	pirimicarb	20.447	64	chinomethionat	24.262	99	cyhalothrin-1	29.656	133	deltamethrin-1	37.894
30	ethiofencarb	20.829	65	fosthiazate	24.274	100	cyhalothrin-2	30.000	134	deltamethrin-2	38.522
31	parathion-methyl	20.875	66	phenthoate	24.297	101	captafol	30.000	135	tralomethrin	38.522
32	esprocarb	20.875	67	fosthiazate	24.343	102	EPN	30.000	136	difenoconazole	38.619
33	tolclofos-methyl	20.976	68	DDE(p,p')	24.501	103	amitraz	30.211	137	pyrazoxyfen	39.730
34	metribuzin	21.290	69	dieldrin	24.577	104	cyhalofop-butyl	30.535	138	imibenconazole	43.593
35	dimethipin	21.290	70	butamifos	24.608						

参考文献

第4回環境化学討論会 講演要旨集p556-557 (1995)

日本分析化学会第48年会 講演要旨集p306 (1999)

 **島津製作所** 分析機器事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

SHIMADZU CORPORATION
INTERNATIONAL MARKETING DIVISION

3, Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8448, Japan
Phone : (03) 3219-5641 FAX : (03) 3219-5710
Cable Add. : SHIMADZU TOKYO

3100-10005-18A-ADI
2000.10