

PEG1000—CBP* 色谱柱分离 有机氯农药的研究

杨国梁 汪勤建** 陶连发**
(杭州大学化学系)
陈 茜
(浙江省环保研究所, 杭州)

键合固定相是一种新型气相色谱固定相。山西煤化所曾用SE-30改性的PEG20M—CBP分离了有机氯农药(1), 可是按文献(1)制备的PEG20M—CBP成功率低。作者研制成功了PEG1000—CBP, 这种键合相经OV-17改性后, 在24分钟内能有效地分离有机氯农药, 其灵敏度、分离情况较文献有所提高。本法适用于痕量有机氯农药的分析。

实 验 部 分

(一) 键合相 PEG20M—CBP 和 PEG1000—CBP按Aue法制备。

(二) 色谱条件 玻璃柱: 2米×2毫米; 柱温: 190℃; 汽化温度: 230℃; 载气: 高纯氮; 流速: 30毫升/分; 进样量: 2微升。检测器: ECD(³H—Sc源); 检测器: 温度: 210℃; 脉冲时间: 75微秒; 纸速: 300毫米/小时。

(三) 试样: 有机氯(色标)溶液, 按常规法配制。

结 果 与 讨 论

(一) PEG20M—CBP 和 PEG1000—CBP色谱行为的比较

研究表明: 有机氯农药在PEG1000—CBP柱上流出时间为8分钟而PEG20M—CBP柱上为16分钟, δ-BHC与o,p-DDE和p,p'-DDD与p,p'-DDT在两种键合相上未分离的情况基本相似。

(二) PEG20M—CBP 和 PEG1000—CBP色谱行为与键合度的关系(见表1)

(三) PEG1000—CBP 柱与常规气液色谱柱响应值的比较

我们以α-BHC作评价物测定了两种固定相的响应值、结果见表2。

(四) 键合相的改性 为了使有机氯异构体和代谢物完全分离, 我们找到以1%OV-17改性

表 1 键合相的键合度与色谱行为的关系

键 合 相	PEG1000—CBP	PEG20M—CBP
C %	0.11	0.10
比 表 面	很 小	很 小
CBP表面电镜图	蘑菇状多孔蜂窝结构	不规则排列
色 谱 行 为	良 好	一 般

表 2 PEG1000—CBP与OV-17+OV-210柱响应值的比较

固定相	柱温					色谱条件
	180℃	185℃	190℃	195℃	200℃	
1.6%OV-17						载气(高纯氮)流速: 30毫升/分 进样量: 2微升 检测器: ECD(³ H—Sc源) 汽化温度: 230℃ 检测器温度: 210℃ 脉冲: 75微秒 纸速: 300毫米/小时 记录仪: 5毫伏
6.4%OV-210						
DMCS上试						
101						
PEG1000—CBP	135	183	210	255	267	

PEG1000—CBP, 用这种固定相能实现有机氯农药的良好分离, 结果见图1。

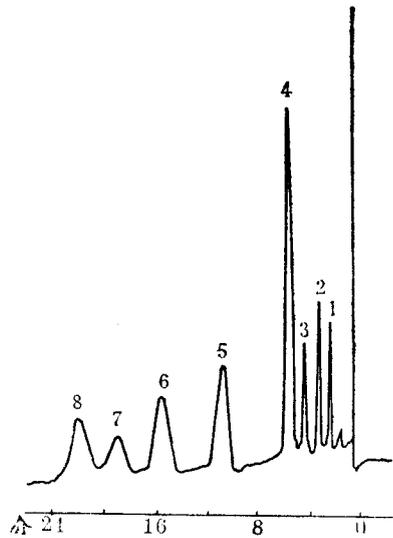


图 1 用1%OV-17改性的PEG1000—CBP分离有机氯农药的色谱图
峰1. α-BHC, 2. γ-BHC, 3. β-BHC, 4. δ-BHC, 5. o,p-DDE, 6. o,p-DDT, 7. p,p'-DDD, 8. p,p'-DDT。

(五) 结论 1%OV-17改性过的PEG1000—CBP色谱柱, 适用于痕量有机氯农药的快速分析。(收稿日期: 1985年1月25日)

* PEG1000—CBP系聚乙二醇1000化学键合相的简称, 该键合相已交大催化工厂生产。
** 均系杭州大学78届毕业生。