

气相色谱分离工业三氯杀虫酯中的杂质与DDT类

吴风武 李玉冰 李再安 王国新
(武汉市卫生防疫站)

三氯杀虫酯(Acetofenate, 国内代号7504)是一种新型杀虫剂。目前国内已有许多厂家生产并用它制成各种制剂来防治蚊蝇(1)。工业7504中含有合成副产物,它们干扰灭蚊制剂中DDT类的测定。中国科学院动物研究所曾对其中的副产物做过鉴定(2)。我们用气相色谱采用不同极性的色谱柱分析证实它们不是DDT及其类似物。通过比较各种柱子的分离情况,选择QF-1柱可将其中的主要杂质与DDT类的分离,不干扰DDT类的测定。

岛津GC-7AG气相色谱仪,SE-30,OV-17,OV-210,QF-1,XE-60,DEGS等固定液。Chromosorb W AW DMCS 80-100目担体。60-90℃重蒸石油醚,666,DDT混合标准溶液, α -666, γ -666, δ -666各0.01mg/L, β -666,p,p'-DDE,o,p'-DDT,p,p'-DDD,p,p'-DDT各0.02mg/L,进样2 μ l 7504化学名为1-(3,4-二氯苯基)-2,2,2-三氯乙基乙酸酯。称取一定量的工业7504溶于重蒸石油醚中,配成浓度为50mg/L的溶液,进样0.5 μ l。分别用表1所列色谱柱对666,DDT混合溶液,工业7504的溶液在图1所示的条件下分析,观察各组分的分离情况,见图1,2。

根据各种柱子的分离情况(见表1),我们选择了2%QF-1柱,它可将工业7504中4,5两种主要杂质与DDT类分离,不干扰DDT类的测定。除了4,5号峰外,还有2,3号两种杂质与DDT类保留时间相近。由于其峰很小影响不大。武汉、天津、广东、江

西等几家的产品出峰情况相同。工业7504中杂峰较多,目前其主要杂质基本上与DDT类分开,但还不够理想,与666还无法分离。今后可采用混合固定液柱或采用多维色谱的方法将7504切除再分离,或者用毛细管柱色谱分析,这些工作还有待进一步研究。

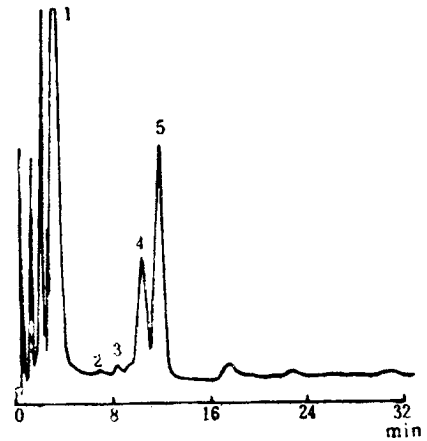


图1 工业7504的色谱图

2%QF-1 Chromosorb W AW DMCS 80-100目, 2.1×3.2mm i. d.玻璃柱; 汽化,检测温度: 230℃;柱温: 180℃;电流: 0.5mA;衰减: 10×32; N₂:50ml/min. 1,7504; 2,3,4,5均为杂质。

致谢: 本工作承蒙武汉大学化学系吴采樱副教授的热情指导,在此衷心致谢。

表1 7504及其中的杂质与DDT在不同色谱柱上的保留时间*

编号	柱子	p,p'-DDE	o,p'-DDT	p,p'-DDD	p,p'-DDT	7504	杂质		
							3	4	5
1	5%SE-30	15.90	21.15	20.40	27.13	6.62	22.58	28.28	31.23
2	2%OV-17	34.16	50.48	53.80	67.02	11.58	49.86	56.25	62.97
3	2%QF-1	2.86	3.57	4.67	5.05	2.05	4.48	5.50	6.16
4	2%XE-60	5.61	7.31	13.98	12.68	2.75	—	10.69	12.79
5	3%DEGS	14.26	20.09	46.35	37.40	6.14	—	21.67	25.62
6	0.32%OV-17+3.2%OV-210	5.31	6.98	8.33	9.50	2.92	7.95	9.44	10.37

* 色谱条件见图1,其中柱温为190℃,6号柱温205℃,时间单位: min.