

农药克百威和丁硫克百威的质谱分析

于峰

(国家南方农药创制中心浙江基地 杭州 310023)

克百威是一种广谱性的杀虫螨剂，不仅有触杀、胃毒作用，并且有很强的内吸活性，但毒性高。丁硫克百威是以克百威为原料的低毒化衍生物，具有与克百威相当的杀虫活性，但毒性低得多。我院已开发并生产该产品，在市场上颇受欢迎。克百威与丁硫克百威都属于氨基甲酸酯类农药，稳定性较差。作者在对其进行质谱分析时，发现用 EI 源测定时，观察分子离子峰较困难，而用 CI⁺化学源（甲烷作反应气）测定其准分子离子峰时，信号明显比 E 的分子离子峰强。并以此对同类氨基甲酸酯农药叶蝉散和残杀威进行了研究，获同样结果。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

美国 Finnigan 公司 Voyager 的质谱仪，直接进样杆，混合离子源，高纯甲烷气体（99.999%），丁硫克百威纯品，叶蝉散纯品，残杀威纯品。

1.2 操作条件

离子源温度：220℃，电离能：70eV，发射电流：200（ μ A），采样方式：全扫描，扫描时间：0.450sec，程序升温：1. 温度：35℃，时间：0.2min，升温速率：100℃/min；2. 温度：400℃，时间：0.2min

2 结果与讨论

2.1 采用直接进样杆分析

由于克百威与丁硫克百威的热稳定性较差，若用 GC/MS 联用技术，样品会出现分解或吸附在毛细管柱不出峰，色谱条件要求高，进行质谱研究比较困难。本仪器配有直接进样装置，采用程序升温把克百威或丁硫克百威直接打进质谱，可得到比较满意的质谱图。离子源是混合源，可进行 EI 源和 CI 源的选择，十分方便。

2.2 克百威与丁硫克百威的质谱研究

克百威与丁硫克百威在 EI 源中均发生比较强的裂解，尤其是丁硫克百威的分子离子峰非常弱，这给判断分子离子峰及测定分子量带来困难。若采用降低 EI 至 15eV 时，灵敏度明显下降，增大进样量易污染离子源，效果也不理想。作者采用了化学源测定，用软电离的方法对克百威与丁硫克百威进行质谱分析，并用 CI⁻和 CI⁺分别进行了试验，发现 CI⁺比 CI⁻效果好，准分子离子峰的强度得到明显增加，分析结果令人满意。见图 1,2。

2.3 EI 源与化学源在农药质谱分析中的应用

随着世界农药的发展，农药的种类越来越多，结构越来越复杂。其中有相当一部

分农药热稳定性较差，例如氨基甲酸酯类农药，分子离子峰很弱或者完全没有，这给我们研究时带来困难。用质谱分析这类农药时，若把 EI 源与化学源结合起来使用，可以解决这些问题并获取比较多的信息。用 EI 轰击，得到比较多的碎片，从碎片中可以推导断裂机理，获取结构信息。用化学源软电离，可以获得较准确的分子量，推导分子式，对农药进行定性。图 3,4 是用 CI+源分析其它氨基甲酸酯农药叶蝉散和残杀威的质谱图。

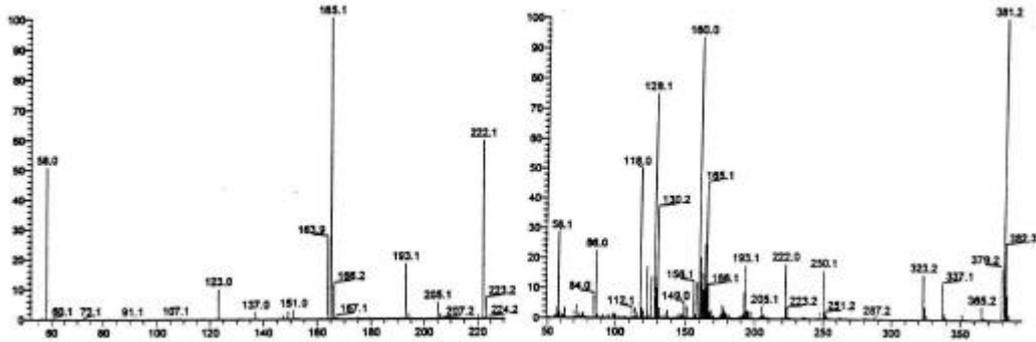


图 1 克百威 CI+质谱图

图 2 丁硫克百威 CI+质谱图

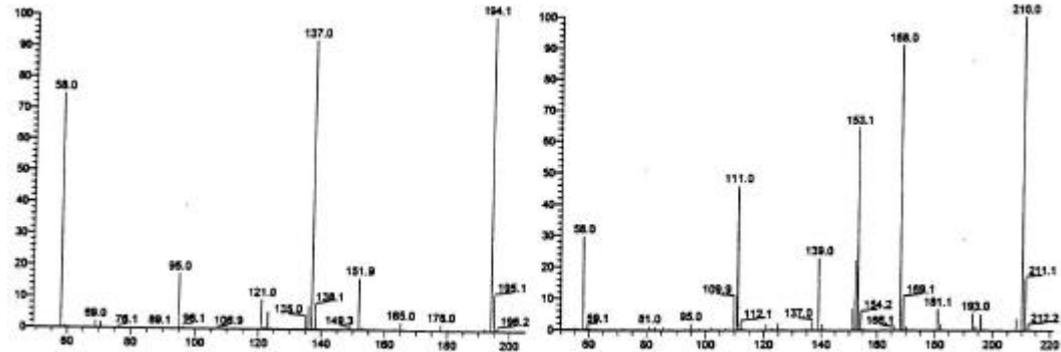


图 3 叶蝉散 CI+质谱图

图 4 残杀威 CI+质谱图

Analysis of Carbofuran and Carbosulfun by MS

Yu Feng

Abstract

In this paper carbamate pesticide Carbofuran and Carbosulfan are analyzed by MS. The showed signals of (M+1) is stronger with CI+ source than (M) with EI source. More MS information can be acquired by CI+ and EI interchange use. The else carbamate pesticide such as isoprocarb and metolcarb can be analyzed with same method. The results are good.