

## G.C 에 의한 復合殺蟲劑의 分離定量에 關한 研究(I)

— Dibrom, Dursban 의 分離定量에 對하여 —

尹源庸 · 曹大鉉

毒劇物科

### Studies on the analysis of the Compound insecticide (I)

— On the Separation of Dibrom and Dursban —

Won Yong Yoon, and Dae Hyun Cho.

Toxicology Division

= Abstract =

The analysis of insecticide preparation was carried out by gas chromatograph with 3% SE-30 on chromosorb AW column.

In this experiments, Dibrom and Dursban were separated and analyzed quantitatively without any interference of emulsifier and solvents.

The plots of peak height vs amount of Dibrom and Dursban were linear with the injection volume of 5 microliters or less without a lowering of column efficiency.

The recovery rates from standardized sample ranged from 95.9% (Dibrom) to 97.1% (Dursban).

#### 緒 論

有機燐化合物의 殺蟲作用이 1936年 西獨의 Schlader에 의하여 發見된 以來 parathion 으로부터 Dibrom 및 Dursban에 이르기까지 광범위하게 開發되었으며 農藥으로서뿐만 아니라 殺蟲劑로도 많이 使用되어지고 있다.<sup>1)</sup>

그러나 parathion은 殺蟲力은 強하나 人畜에 對한 毒性이 큰 반면, Dibrom 및 Dursban은 毒性이 낮고 殺蟲力이 強한 有機燐化合物로 널리 알려져 있다.

從來 이들 有機燐系化合物의 確認方法으로는

有機化學的方法, 酵素化學的方法, paper chromatography, gas chromatography 등이 利用되고 있는데 G.C에 의한 方法이 주로 많이 사용되고 있으며, 吉田等, 川原等, 西本等, J. Burke는 各種 有機燐系化合物을 G.C에 의하여 分析, 報告한 바 있다.<sup>2)</sup>

이에 著者等은 現在 單一 性分으로는 물론 復合性分으로 널리 使用되고 있는 Dibrom 및 Dursban의 分離定量에 SE-30 on Chromosorb AW를 충전제로 使用하여 gas chromatography를 行하였던바 良好한 結果를 얻었기 報告하는 바이다.

## 實驗方法

### 1. 使用機器 및 試藥

본 試驗에 使用한 試藥은 特級이며 機器는 gas chromatograph (Perkin-Elmer 900) 를 使用하였다.

### 2. 標準品 및 試料

標準品으로는 순도 99%의 Dibrom (CHEVRON CHEMICAL Co, Sanfrancisco California), 및 純度 99.7%의 Dursban (The DOW CHEMICAL CO, MIDLAND MICHIGAN) 을 使用하였으며 試料는 Table I과 같은 組成을 가진 製品을 採取하여 試料로 使用하였다.

Table I. Components of sample (unit: g)

Sample	Dibrom	Dursban	Emulsifier	Solvent
A	3	2	8	87
B	15	10	9	66
C	30	20	10	40

### 3. 標準液의 調製

Dibrom 및 Dursban 一定量을 取하여 acetone에 녹여 Dibrom은  $3\text{mg/ml}$ , Dursban은  $2\text{mg/ml}$ 되게 調製하여 標準液으로 하였다.

### 4. 試料液의 調製

分析試料는 Dibrom 및 Dursban의 濃도가 標準液의 濃도와 같게 acetone에 그대로 녹여 試料液으로 使用하였다.

[條件]

Column: 3%-SE-30  $\phi$  3mm  $\times$  2m  
on Chromosorb AW Stainless Steel

Column temp: 170~190 C

Detector temp: 250 C

Injector temp: 220 C

Carrier gas: N<sub>2</sub>

Gas flow: 2.0

Chart Speed: 5mm/min

Detector: F.I.D

Sample size: 10  $\mu$ l

Attenuation: 2  $\times$  8  $\times$  10

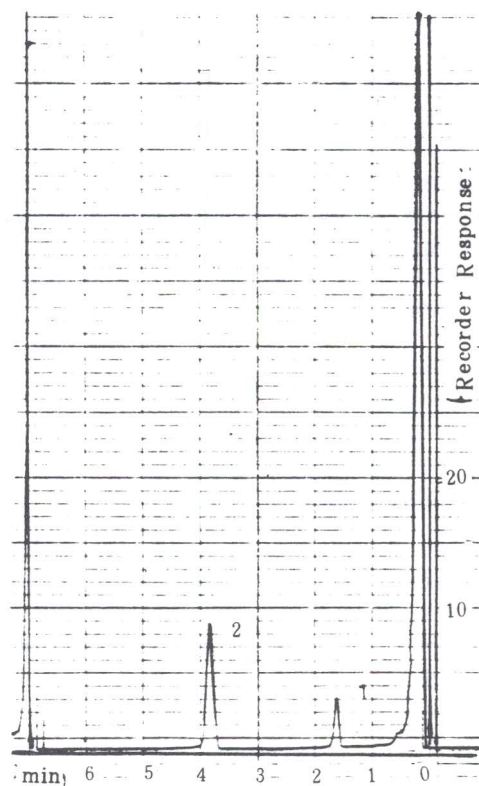


Fig. 1. Chromatogram of Dibrom, Dursban on 3% SE-30  
1: Dibrom  
2: Dursban

## 結果 및 考察

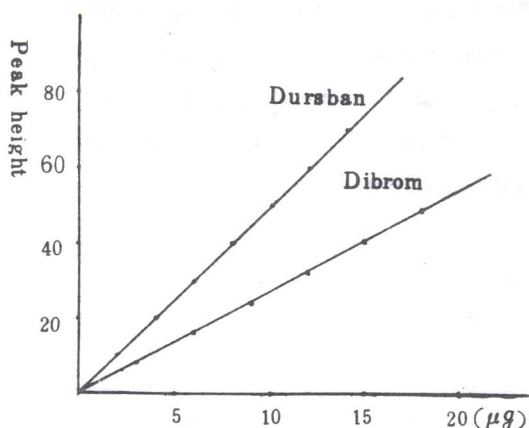


Fig. 2. Calibration Curve of Dibrom, Dursban

### 5. 定量法

標準液과 試料溶液을 아래와 같은 條件에서 gas chromatography를 行하여 얻은 各 性分의 chromatogram을 (Fig. 1) retention time으로 부터 確認하고 peak height를 求하여 미리 作成한 檢量線에 따라 定量하였다. (Fig. 2)

本 試驗을 行하는데 있어서 分析條件을 上記와 같이 하고 3% SE-30 on chromosorb AW의 Column을 使用하였을 때는 Dibrom 및 Dursban의 peak가 良好하게 나타났으나 (Fig. 1) OV-17 column을 使用하였을 때는 Dursban의 peak는 良好하게 나타나는 반면 Dibrom의 peak는 上記 檢液濃度에서는 感度가 良好하지 않았다.

따라서 本 試驗에서는 3% SE-30을 使用하였으며 retention time을 보면 Dibrom은 2分, Dursban은 4分 以內에서 peak가 나타났다.

檢量線을 作成한바 濃度와 peak height間에 良好한 直線性으로 나타났으며 (Fig. 2), 또한 標準品 Dibrom, Dursban을 各各 300mg, 200mg씩을 取하여 有機제 800mg을 넣고 Xylene

Table II. Recovery test of Dibrom, Dursban from standardized sample.

Dibrom	Taken (ug)	Found (ug)	Recovery (%)
Run 1	30	28.4	94.7
2	"	27.9	93.0
3	"	29.2	97.3
4	"	28.9	96.3
5	"	29.5	98.3
Mean ± SE			95.9 ± 0.84

Dursban	Taken (ug)	Found (ug)	Recovery (%)
Run 1	20	19.9	99.5
2	"	19.4	97.0
3	"	19.3	96.5
4	"	18.8	94.0
5	"	19.7	98.5
Mean ± SE			97.1 ± 0.84

을 넣어 녹여 10 ml로 한 標準試料를 만들어 recovery test를 한 結果, Table II에 表示한 바와 같이 Dibrom 95.9%, Dursban 97.1%의

良好한 회수율을 나타냈으며 實際試料를 分析한 結果는 Table III에 表示하였다.

Table III. Analysis of preparations

Sample	Dibrom (%)	Dursban (%)	Conditions
A 1	96.5	94.9	3% SE-30 On
2	95.7	96.7	Chromosorb AW column
3	93.8	97.7	Sample size: 3ul
4	97.4	101.2	
5	99.1	95.6	
Mean ± SE	96.5 ± 0.79	97.22 ± 0.99	
B 1	101.2	100.2	3% SE-30 On
2	96.8	99.5	Chromosorb AW column
3	97.2	101.9	Sample size: 3ul
4	99.1	100.8	
5	95.2	99.8	
Mean ± SE	97.9 ± 0.92	100.44 ± 0.38	
C 1	93.9	99.5	3% SE-30 On
2	97.4	101.2	Chromosorb AW column
3	95.6	100.8	Sample size: 3ul
4	100.1	98.6	
5	94.5	99.4	
Mean ± SE	96.3 ± 1.00	99.9 ± 0.43	

### 結 論

1. 複合殺蟲劑(Dibrom + Dursban)를 총진제 3% SE-30 on chromosorb AW를 써서 gas chromatograph로 分離定量한 바 Di-

brom 96.3 ± 1.0 ~ 97.9 ± 0.92%, Dursban 97.2 ± 0.99 ~ 100.4 ± 0.38%의 良好한 成績을 얻었으며 回收率은 Dibrom 95.9%, Dursban 97.1%이었다.

2. 從前의 試驗方法은 그 調作이 復雜하고 長時間을 要하는 短點이 있으나 本法으로는 調作

이 簡便하고 共存物質의 影響 없이 迅速, 正確  
히 分離定量할 수 있어 實質的으로 檢定業務에  
利用될 수 있을 것으로 思料된다.

#### 参 考 文 献

- 1) 衛生試驗法 注解 : 日本藥學會編 p.96,  
(1980)
- 2) 最新裁判化學 : 東京南江堂 p. 241 ~ 246,  
(1971)