



7890B GC/ 5977A MSD による ゴルフ場規制農薬の高感度分析

<要旨>

最新の 7890B/ 5977A エクストラクタイオン源で、ゴルフ場規制農薬の分析を行いました。エクストラクタイオン源による高感度化により、すべての成分で 10ppb 以下の検出が可能でした。また、再現性も良好な結果が得られました。

Key Words: 7890B, 5977A, エクストラクタイオン源, ゴルフ場規制農薬

* * * * *



1.はじめに

「ゴルフ場で使用される農薬による水質汚濁の防止に係る暫定指針(平成 22 年 9 月 29 日環水大土発第 100929001 号)」において、「別添Ⅱ 排出水に係る標準分析法(多成分同時分析法)について、ガスクロマトグラフ質量分析計を用いると記載された農薬類について、7890B/ 5977A エクストラクタイオン源での高感度分析例を紹介し、多成分同時分析法 1,2 については前処理方法、及び抽出溶媒が異なりますが、同等の GC 条件、カラムを使用して分析することが可能です。このため、本アプリケーションノートでは農薬類すべての一斉分析を行いました。

2.分析条件

装置: 7890B/ 5977A エクストラクタイオン源
注入口: スプリット/スプリットレス
注入口温度: 250°C
注入法: パルスドスプリットレス
注入量: 2µL
ライナー: Ultra Inert Splitless w/wool (P/N: 5190-2293)
カラム: VF-5ms (30m, 0.25mm, 0.1µm P/N: CP8943)
オープン: 50°C(2min)-10°C/min-280°C(5min)
カラム流量: He 1.2mL/min (定流量モード)
インターフェース温度: 270°C
イオン源温度: 300°C
四重極温度: 150°C
測定モード: SIM
溶媒待ち時間 8min
チューニング: オートチューニング(Etune)

3. 試薬及び、分析内容

農薬混合標準溶液 64(GC/MS 対象 6 種)及び、66 (GC/MS 対象 24 種)(ともに関東化学社製)をアセトンで混合し、標準溶液としました。なお、キャプタン、ナプロパミド、ピリダフェンチオンについては両方の標準溶液に含まれています。このため 5 ppb、10 ppb 標準溶液を作成し、繰り返し分析を行い、すべての成分について 10ppb の再現性(%RSD)を算出しました。

4. 分析結果

表 1. には各化合物のリテンションタイム(RT)、ターゲットイオン(T-ion)、クオリファイアイオン(Q-ion)、10ppb 標準溶液の繰り返し再現性(n=6, %RSD)を示しました。なお、クロロタロニルはアセトン溶液中での経時的な分解性があるため再現性の結果は表記しておりません。

再現性はすべての化合物で 5%以内(%RSD)と良好な値が得られました。また、図 1 には標準溶液 5ppb の SIM クロマトグラムを示しました。(キャプタン、ナプロパミド、ピリダフェンチオンは 10ppb)すべての成分について良好な感度が得られることが確認できました。

5.まとめ

5977A エクストラクタイオン源による高感度化により、すべての成分において 10ppb 以下の低濃度レベルを高感度で検出する事が可能でした。また、7890B/ 5977A システムが優れた再現性を持つことが確認できました。

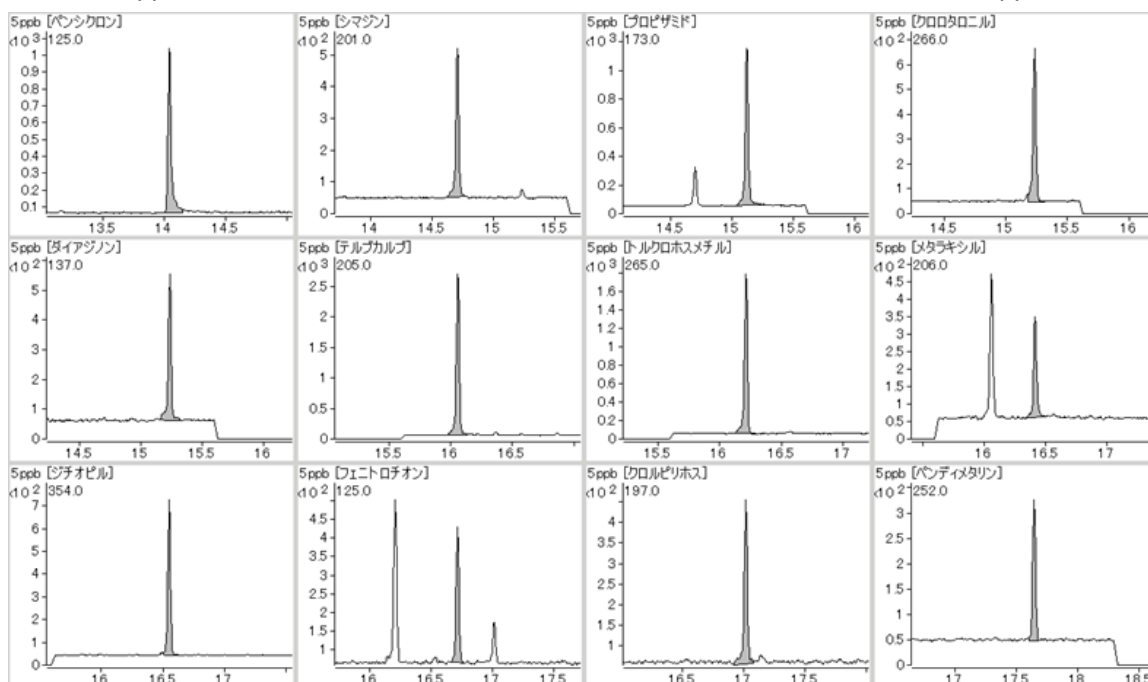


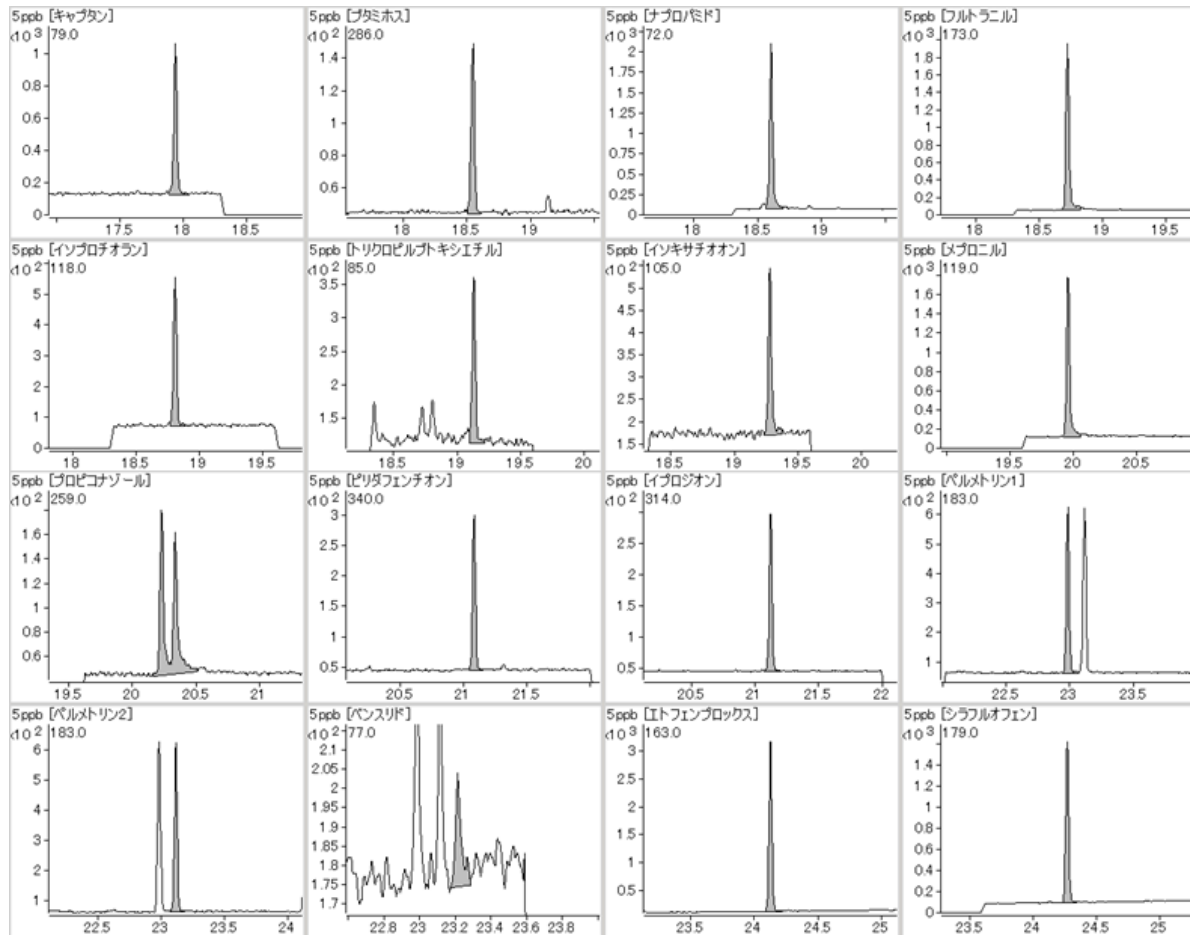
表 1. 各化合物のリテンションタイム(RT)、ターゲットイオン(T-ion)、クオリファイアイオン(Q-ion)、10ppb の繰り返し再現性(n=6, %RSD)

SIM	No.	RT (min)	化合物	T-ion (m/z)	Q-ion (m/z)	Q-ion (m/z)	%RSD
SIM1, Dwell 18	1	14.049	ペンシクロン	125	180	127	1.0
	2	14.713	シマジン	201	186	173	1.5
	3	15.127	プロピザミド	173	175	145	1.7
	4	15.235	クロロタロニル	266	264	268	—
	5	15.245	ダイアジノン	137	179	304	0.3
SIM2, Dwell 12	6	16.064	テルブカルブ	205	220	206	0.6
	7	16.219	トルクロホスメチル	265	267	125	0.7
	8	16.412	メタラキシル	206	132	160	1.8
	9	16.544	ジチオピル	354	286	306	2.0
	10	16.728	フェニトロチオン	125	109	277	2.4
	11	17.025	クオルピリホス	197	199	314	2.3
	12	17.651	ペンディメタリン	252	162	191	1.6
	13	17.948	キャプタン	79	149	117	1.1
SIM3, Dwell 14	14	18.55	ブタミホス	286	200	232	3.0
	15	18.611	ナプロパミド	72	128	100	0.7
	16	18.729	フルトラニル	173	145	281	0.9
	17	18.814	イソプロチオラン	118	162	189	1.8
	18	19.139	トリクロピルブトキシエチル	85	182	210	4.3
	19	19.29	イソキサチオン	105	177	313	3.4
SIM4, Dwell 20	20	19.968	メプロニル	119	91	269	0.6
	21	20.236	プロピコナゾール1	259	173	191	3.3
	22	20.344	プロピコナゾール2	259	173	191	—
	23	21.088	ピリダフェンチオン	340	199	125	2.2
	24	21.126	イブロジオン	314	316	187	1.6
SIM5, Dwell 40	25	22.991	ペルメトリン1	183	163	184	1.4
	26	23.122	ペルメトリン2	183	163	184	0.8
	27	23.226	ベンスリド	77	131	141	4.8
SIM6, Dwell 45	28	24.135	エトフェンプロックス	163	135	183	2.4
	29	24.276	シラフルオフェン	179	286	258	1.8

※クロロタロニルはアセトン溶液中で経時的に分解するため、再現性を算出しておりません。
 ※プロピコナゾールは 2 本のピークを合算した面積値で再現性を算出しました。

図 1. 5ppb の SIM クロマトグラム(キャプタン、ナプロパミド、ピリダフェンチオンは 10ppb)





【GC-MS-201307AZ-001】

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。また、本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
 〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp