

7890B GC/ 5977A MSD による 水質規制農薬の高感度分析の検討

<要旨>

新たに水質管理項目の農薬類に要検討農薬類が追加されました。従来からの対象農薬リストに加え、これらの農薬を加えると、130 程度の農薬の一斉分析メソッドが必要となります。最新の 7890B/5977A MSD を用いて一斉分析メソッドについて検討を行いました。このメソッドの中ではリテンションタイムロッキングを使用し、すぐに一斉分析が行えます。また、従来からのスプリット/スプリットレス注入に加えマルチモード注入を使用した、高沸点成分、分解しやすい成分に考慮したメソッドの作成も行いました。このメソッドではさらにバックフラッシュを採用し、カラム、注入口、イオン源の汚染を最大限に抑制しました。



2013 年 3 月に水質管理項目の農薬類の目標値が改正されました。同時に、従来の対象農薬リストに掲載されていない農薬類のうち、積極的に安全性評価及び検出状況に係る知見の収集に努める要検討農薬類が示され、モニターする農薬の種類は大幅に増加しました。今回は、固相抽出-GC/MS 法が適用されている農薬について、一斉分析のメソッド作成を行いました。従来から広く使用されているスプリット/スプリットレス(S/SL)注入口を使用したメソッドに加え、マルチモード(MMI)注入口を使用したメソッドの作成も行いました。これは、各農薬の物性が大きく異なるため、コールドスプリットレス法が、より高感度、安定的な分析に適しているためです。

下記の図には標準溶液 10ppb の SIM 積算クロマトグラムを示しました。使用したメソッドは MMI 注入口を使用したメソッドです。

このシステム構成においてはほぼすべての農薬において 1ppb レベルの検出を行うことが可能でした。ただしいくつかの農薬については、ピーク形状、感度の安定性について問題が見られました。これらについては更に検討を行い、知見を収集する必要があります。

Key Technologies

-5977A エクストラクタイオン源による高感度化

-MMI 注入口によるコールドスプリットレス法

分解性の高い農薬、高沸点成分の高感度検出および、マトリクス成分の焼きだし

-キャピラリー・フロー・テクノロジーによるバックフラッシュ

カラム、注入口、イオン源のメンテナンス削減
容易なカラム交換

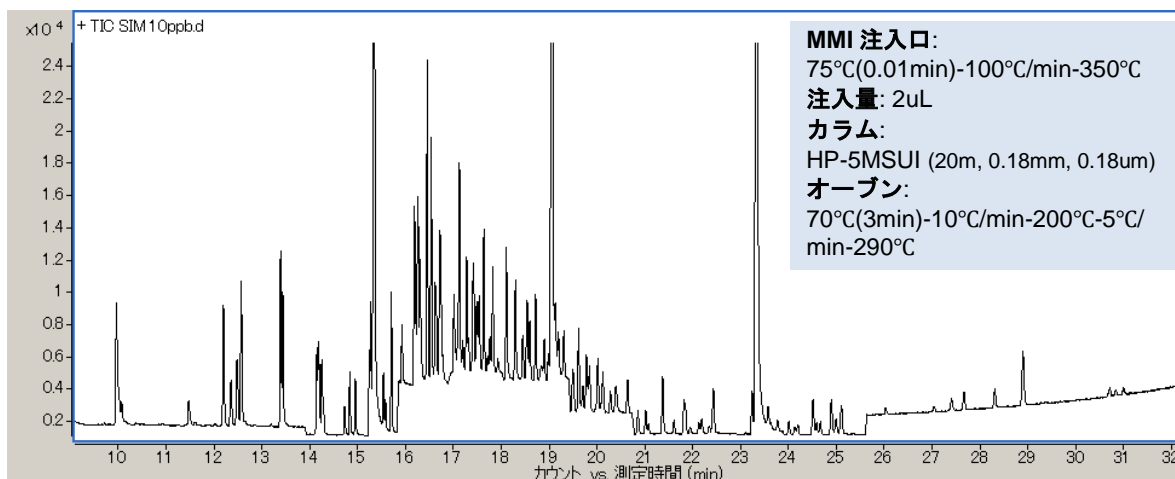


図. 標準溶液 10ppb の SIM 積算クロマトグラム(内部標準物質は 100ppb)



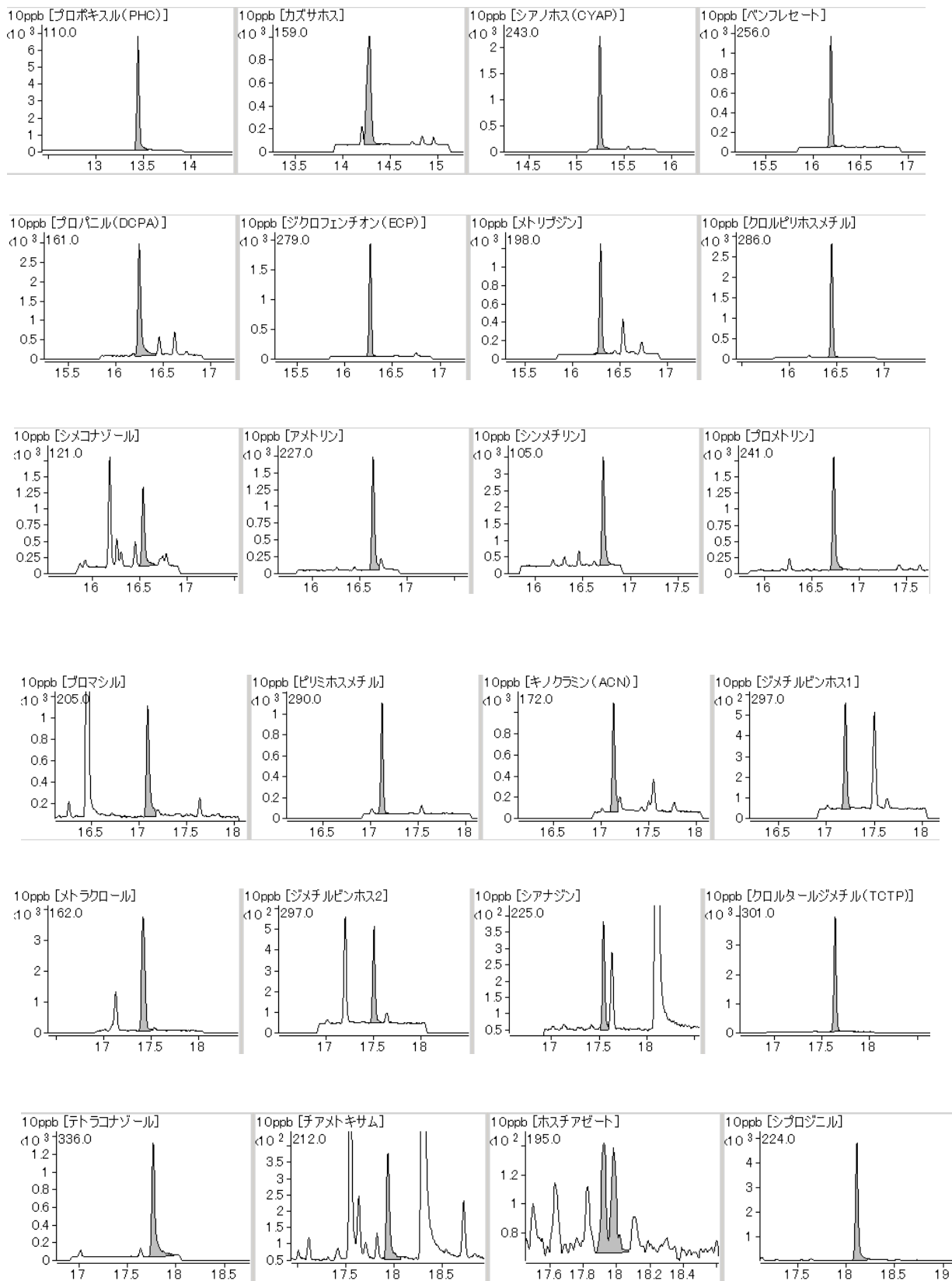
本分析で検討を行った農薬のリスト及び、ターゲットイオン(T-ion)、クオリファイアイオン(Q-ion)

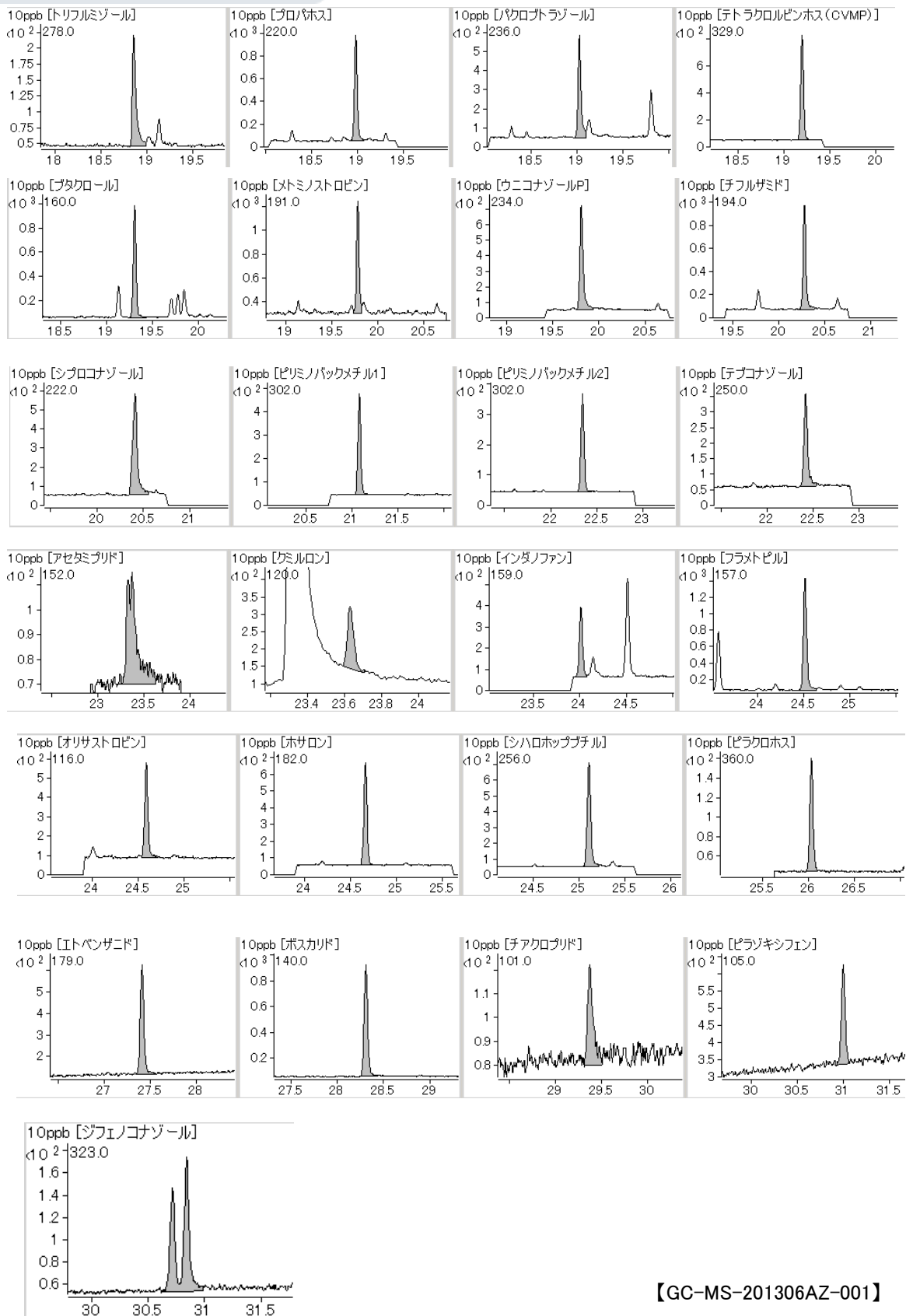
No.	化合物名	T-ion	Q-ion
1	ジクロロボス (DDVP)	109	79
2	ジクロロベニル (DBN)	171	100
3	エトリジアゾール	211	183
4	トリクロロホン (DEP)	109	79
5	クロロネブ	191	193
6	モリネート	126	98
7	イソプロカルブ (MIPC)	121	136
8	フェノブカルブ(BPMC)	121	150
9	プロボキスル (PHC)	110	152
10	ペンダイオカルブ	151	166
11	ペンシクロン	125	180
12	トリフルラリン	306	264
13	ペンフルラリン	292	264
14	カズサホス	159	158
15	ジメトエート	125	87
16	シマジン (CAT)	201	186
17	アトラジン	200	173
18	シアノホス (CYAP)	243	109
19	ピロキロン	173	130
20	ダイアジノンオキソン	137	273
21	プロピザミド	173	175
22	アントラセン-d10	188	160
23	ダイアジノン	179	137
24	ジスルホトン	89	97
25	クロロタロニル (TPN)	266	264
26	イプロベンホス (IBP)	91	204
27	ベンフレセート	163	256
28	トルクロホスメチルオキソン	249	251
29	プロパニル (DCPA)	161	163
30	フェニトロチオンオキソン	244	109
31	ジクロフェンチオン (ECP)	279	223
32	メトリブジン	198	144
33	プロモブチド	119	232
34	クローピリホスメチル	286	288
35	テルブカルブ (MBPMC)	205	220
36	マラオキソン	127	99
37	シメトリン	213	170
38	シメコナゾール	121	73
39	トルクロホスメチル	265	125
40	アラクロール	188	160
41	アメトリン	227	212
42	シンメチリン	105	123
43	プロメトリン	241	184
44	メタラキシル	206	132
45	ジチオビル	354	306
46	フェニトロチオン (MEP)	277	260
47	プロマシル	205	207
48	ピリミホスメチル	290	276
49	エスプロカルブ	222	91
50	キノクラミン (ACN)	207	172
51	ジメチルビンホス1	295	297
52	チオベンカルブ	100	72
53	マラソン (マラチオン)	127	173
54	メトラクロール	162	238
55	クローピリホスオキソン	270	242
56	フェンチオン(MPP)	278	153
57	ジメチルビンホス2	295	297
58	クローピリホス	197	199
59	シアナジン	225	212
60	クロータールジメチル (TCTP)	301	299
61	イソフェンホスオキソン	229	201
62	テトラコナゾール	336	338
63	フサライド	243	241
64	チアメトキサム	212	182
65	ホスチアゼート	195	283
66	ホスチアゼート	195	283
67	シプロロジニル	224	225
68	ペンディメタリン	252	191
69	ジメタメトリン	212	240
70	メチルダイムロン	107	119

71	キャプタン	79	149
72	イソフェンホス	213	121
73	ジメピペレート	119	91
74	フェントエート (PAP)	274	125
75	プロシドン	283	96
76	ブタミホスオキソン	244	216
77	トリフルミゾール	278	206
78	メチダチオン (DMTP)	145	85
79	プロパホス	220	304
80	バクロブトラゾール	236	125
81	g-プロモアントラセン	256	258
82	α-エンドスルファン	195	241
83	テトラクロロビンホス (CVMP)	329	331
84	ブタクロール	176	160
85	ナプロパミド	72	100
86	ブタミホス	286	258
87	フルトラニル	173	145
88	イソキサチオンオキソン	161	105
89	イソプロロチオラン (IPT)	290	189
90	メトミノストロビン	191	196
91	ウニコナゾールP	234	236
92	プレチラクロール	238	176
93	MPPオキシンスルホキシド	262	278
94	CNP-アミノ体	108	289
95	MPPオキシンスルホン	294	109
96	ブプロフェジン	105	175
97	チフルザミド	194	449
98	イソキサチオン	105	177
99	シプロコナゾール	222	139
100	β-エンドスルファン	195	241
101	MPPスルホキシド	125	278
102	MPPスルホン	310	125
103	ピリミノバックメチル1	302	256
104	メプロニル	119	269
105	クローニトロフェン (CNP)	317	319
106	エディフェンホス (EDDP)	109	310
107	エンドスルフェート	272	274
108	プロピコナゾール1	173	259
109	プロピコナゾール2	173	259
110	EPNオキソン	141	169
111	ピリミノバックメチル2	302	256
112	テブコナゾール	250	125
113	テニルクロール	127	288
114	ピリプチカルブ	165	108
115	イブロジオン	314	316
116	クリセン-d12	240	236
117	アセタミプリド	152	126
118	ピリダフェンチオン	340	199
119	EPN	157	169
120	クルミロン	267	120
121	ピペロホス	122	140
122	インダノファン	174	159
123	ビフェノックス	341	310
124	アニロホス	226	125
125	フラメトビル	157	298
126	オリサストロビン	116	205
127	ホサロン	182	367
128	ピリプロキシフェン	136	226
129	メフェナセット	192	120
130	シハロホップブチル	256	229
131	ピラクロホス	360	194
132	エトベンザニド	179	149
133	カフェンストロール	100	188
134	ボスカリド	140	342
135	エトフェンブロックス	163	135
136	チアクロプリド	126	101
137	ジフェノコナゾール	323	265
139	ピラゾキシフェン	105	91



MMI 注入口、バックフラッシュシステムでの 10ppb の SIM クロマトグラム(追加農薬のみ)





【GC-MS-201306AZ-001】

アジレントは、本文書に誤りが見られた場合、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