



GC/MS による水質規制農薬 85 成分の一斉分析



＜要旨＞ 有機リン系農薬のオキソソロン体 9 成分、フェンチオンの酸化物 5 成分を含む水質規制農薬 85 成分について、GC/MS による一斉分析を行いましたので、結果を報告します。標準溶液 5ppb で、全成分の検出が可能で、内部標準法による繰り返し再現性は、RSD (n=6) で 2.1–16.8% でした。

Key Words: 水質規制農薬、オキソソロン体、フェンチオン (MPP) 酸化物、GC/MS

* * * * *

1. はじめに

平成 15 年に水質基準が改正され、農薬類は総農薬方式で評価されるようになりました。対象農薬は 101 成分にまで広がり、GC/MS で測定可能な農薬は 73 成分、そのうち、誘導体化なしで固相抽出-GC/MS で測定可能な農薬は 68 成分になります。平成 19 年 3 月の改正により、有機リン系農薬のイソキサチオン、ダイアジノン、フェントロチオン、EPN、イソフェンホス、クロルピリホス、トルクロホスメチル、ブタミホス及びマラソンについては、オキソソロン体も測定することになりました。さらに 19 年 11 月の改正により、フェンチオン(MPP)については、その酸化物である MPP スルホキシド、MPP スルホン、MPP オキソソロン、MPP オキソソロンスルホキシド及び MPP オキソソロンスルホンも測定することになりました。

本アプリケーションノートでは、それらの追加農薬も含めた 85 成分について、一斉分析を行いましたので報告します。

2. 測定条件

装置: Agilent 7890 GC/5975C TAD MSD with 7693 ALS
カラム : HP-5msi 30m, 0.25mm, 0.25µm
注入量 : 2µl
注入法 : パルスドスプリットレス
パルス圧 : 30psi 1min
パージオフ時間: 1min
注入口温度 : 250°C
オープン : 70°C (2min)-25°C/min-150°C (0min)-3°C/min-200°C (0min)-8°C/min-280°C (10min)
カラム流量 : 1.3ml/min at 12.08psi (定圧力モード、リテンションタイムロッキング使用、chlorpyrifos methyl = 16.593min)
インターフェース温度: 280°C

イオン源温度: 250°C

チューニング: オートチューン (ゲイン係数 3)

測定モード : SIM (モニターイオンは Table 1 参照)

3. 結果

Table 1 に、標準溶液 5ppb (ng/ml) の内部標準法による繰り返し再現性 (n=6) を示しました (内部標準物質の濃度は、200ppb)。濃度 5ppb では、全ての農薬の検出ができました。固相抽出で 500 倍濃縮とすると、試料換算で 10ng/l (ppt) になります。オキソソロン体のダイアジノンオキソソロン、トリクロホスメチルオキソソロン、フェントロチオンオキソソロン、クロルピリホスオキソソロン、イソフェンホスオキソソロン、ブタミホスオキソソロン、イソキサチオンオキソソロン、EPN オキソソロンは、RSD で 10% 前後でした (マラオキソソロンは、16.3%)。フェンチオン(MPP)の酸化物である MPP スルホキシド、MPP スルホン、MPP オキソソロン、MPP オキソソロンスルホキシド、MPP オキソソロンスルホンは、RSD で 10–15% でした。Fig. 1 に、オキソソロン体の標準溶液 5ppb の SIM クロマトグラムを示しました。Fig. 2 に、MPP の酸化物の標準溶液 5ppb の SIM クロマトグラムを示しました。



Table 1 RT、T イオン、Q イオン及び標準溶液 5ppb の内部標準法による繰り返し再現性 (n=6)

# Compound	RT (min)	T-ion m/z	Q-ion m/z	RSD(%) at 5ppb
1 Anthracene-d ₁₀ (IS)	13.98	188	184	
2 Dichlorvos	5.84	109	185	4.1
3 Dichlobenil	6.77	171	173	4.0
4 Etridiazole	7.98	211	183	6.1
5 Trichlorfon	8.04	109	145	15.5
6 Chloroneb	8.70	191	193	2.9
7 Molinate	9.11	126	187	3.4
8 Isoprocarb	9.14	121	136	4.5
9 Fenobucarb	10.31	121	150	5.0
10 Trifluralin	11.68	306	264	6.4
11 Pencycuron	11.69	180	125	5.7
12 Benfluralin	11.76	292	264	6.0
13 Dimethoate	12.69	87	125	15.5
14 Simazine	12.92	201	186	7.8
15 Atrazine	13.18	200	215	8.0
16 Pyroquilon	13.82	130	173	8.2
17 Diazinon-oxon	13.87	273	288	12.4
18 Propyzamide	13.96	175	173	6.1
19 Diazinon	14.48	179	304	8.0
20 Disulfoton	14.56	88	186	8.6
21 Chlorothalonil	14.81	266	264	6.0
22 Iprobenfos	15.35	204	91	9.9
23 Tolclofos-methyl-oxon	16.02	249	251	10.0
24 Fenitrothion-oxon	16.19	244	109	11.2
25 Bromobutide	16.25	119	232	4.9
26 Terbutcarb	16.68	205	220	5.7
27 Tolclofos-methyl	16.81	265	267	6.6
28 Simetryn	16.83	213	170	10.7
29 Malaoxon	16.89	127	268	16.3
30 Alachlor	17.03	160	188	7.8
31 Metalaxyl	17.35	206	249	9.0
32 MPP-oxon	17.45	262	109	14.3
33 9-Bromoanthracene (IS)	22.41	256	258	
34 Fenitrothion	18.07	277	125	3.0
35 Dithiopyr	18.08	354	286	4.4
36 Esprocarb	18.24	91	222	5.8
37 Benthicarb	18.59	100	257	6.6
38 Malathion	18.80	173	125	5.5
39 Chlorpyrifos-oxon	19.00	270	298	7.8
40 Fenthion	19.12	278	125	4.8
41 Chlorpyrifos	19.23	197	314	5.4
42 Phthalide	19.75	243	272	3.7
43 Isofenphos-oxon	19.75	229	201	9.0
44 Pendimethalin	20.99	252	281	2.4
45 Dimethametryn	21.09	212	213	6.9
46 Captan	21.23	79	149	7.7
47 Methyldymron	21.35	107	119	6.7
48 Dimepiperate	21.50	145	119	8.2
49 Isophenphos	21.60	213	255	5.2
50 Phenthoate	21.72	274	246	5.8
51 Procyimidone	21.95	96	283	2.1
52 Methidathion	22.29	145	85	5.6
53 Butamifos-oxon	22.28	244	216	6.9
54 α-Endosulfan	22.62	195	241	3.7
55 Napropamide	23.44	128	72	8.4
56 Butamifos	23.55	286	200	5.4
57 Flutolanil	23.80	173	145	7.2
58 Isoprothiolane	23.87	118	162	5.5
59 Isoxathion-oxon	23.87	161	105	10.4
60 Pretilachlor	24.11	162	238	6.4
61 MPP-oxon sulfoxide	24.28	262	247	14.2
62 amino-chlornitrofen	24.32	287	289	6.3
63 MPP-oxon sulfone	24.50	294	109	10.6
64 MPP-sulfoxide	25.56	278	125	15.4
65 Buprofezin	24.54	105	172	5.7
66 Isoxathion	24.94	177	105	15.0
67 β-Endosulfan	25.15	195	237	4.1
68 MPP-sulfone	25.79	310	125	15.0
69 Chrysene-d ₁₂ (IS)	28.36	240	236	
70 Mepronil	26.26	119	269	8.7
71 Chlornitrofen	26.49	317	319	5.7
72 Edifenphos	26.73	109	310	10.3
73 Endosulfan sulfate	26.75	272	387	6.7

# Compound	RT (min)	T-ion m/z	Q-ion m/z	RSD(%) at 5ppb
74 Propiconazole 1	26.92	259	173	8.2
75 Propiconazole 2	27.12	259	173	12.0
76 EPN-oxon	27.19	141	306	11.8
77 Thenylchlor	27.45	127	288	10.9
78 Pyributicarb	28.31	165	108	9.5
79 Iprodione	28.38	316	314	9.6
80 Pyridaphenthion	28.50	340	188	5.2
81 EPN	28.63	157	169	5.3
82 Piperophos	28.82	140	320	9.9
83 Bifenox	29.16	341	343	16.8
84 Anilofos	29.22	226	125	8.9
85 Pyriproxyfen	29.85	226	136	11.1
86 Mefenacet	29.96	192	120	13.2
87 Cafenstrole	32.14	100	188	14.1
88 Ethofenprox	33.15	163	135	12.0

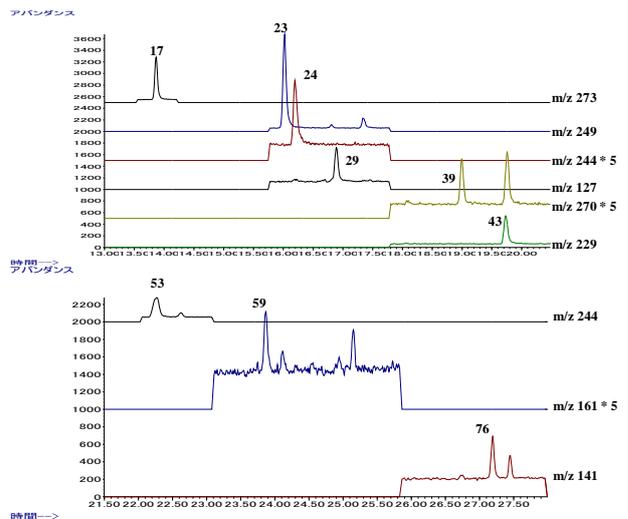


Fig.1 オキシソン体 (標準溶液 5ppb) の SIM クロマトグラム

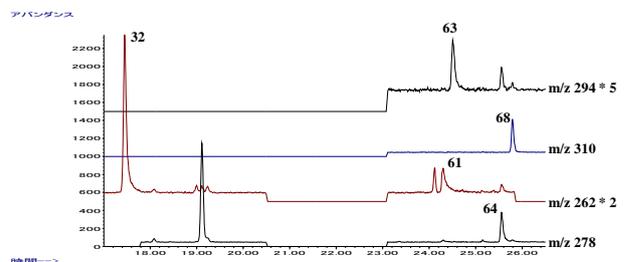


Fig.2 MPP の酸化物 (標準溶液 5ppb) の SIM クロマトグラム

【GCMS-200912NK-002】

本資料に記載の情報、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



Agilent Technologies