

キャピラリーGC-FTD, GC-ECDによる124農薬の分析

Analysis of 124 Pesticides Mixture by Capillary GC-FTD and GC-ECD

海外からの農作物の輸入量増加に伴い、規制値が定められている残留農薬の数は近年増加の一途をたどっています。規制残留農薬の分析には多くの場合、GCあるいはGC/MSが用いられています。高感度かつ一斉分析が行えることを期待し、キャピラリーカラムの使用頻度が増加してきましたが、農薬の種類によりさまざまなキャピラリーカラム、分離条件で分析が行われているのが実状で、数多くある規制残留農薬の、同一カラムによる一斉分離の情報はあまりありません。1995年以前の規制農薬86成分の分離については、すでに食品農薬データ集等にて紹介しました。今回のアプリケーションニュースでは無極性(DB-1)のキャピラリーカラムを用い、その後追加された規制残留農薬を含む124農薬の分離を、ECDおよびFTD検出器で調べました。

農薬(有機塩素系,有機りん系,有機窒素系農薬)はアセトンにて溶解し、0.5~2mg/Lの濃度の混合溶液に調製し、2μLをGCに注入しました。

Fig.1にFTD検出器による124農薬のクロマトグラム(全体図)を示しました。Fig.2~4にFig.1の部分拡大クロマトグラムを示しました。Fig.5にECD検出器による124農薬のクロマトグラム(全体図)を示しました。Fig.6~8にFig.5の部分拡大クロマトグラムを示しました。両検出器による分析結果をあわせ、EPNを基準とした相対保持時間(EPNを30分とした)をTable 1に示しました。

124農薬をDB-1カラムで一斉分離することは不可能ですが、これらの相対保持時間の情報は、農薬分析のスクリーニング分析等に活用できます。

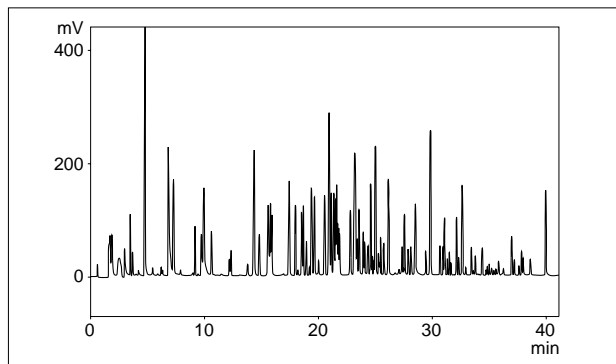


Fig.1 DB-1による124農薬のクロマトグラム(FTD,全体図)
FTD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-1)

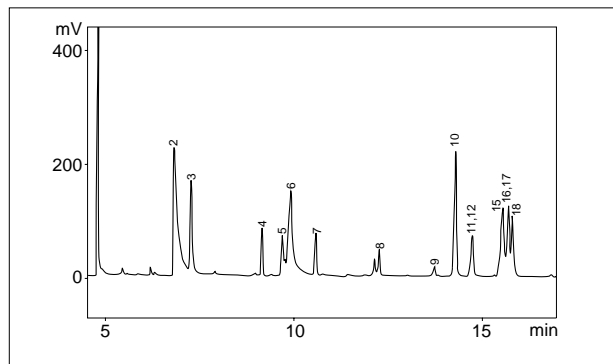


Fig.2 DB-1による124農薬のクロマトグラム(FTD,拡大図)
FTD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-1)
(Enlargement figure)

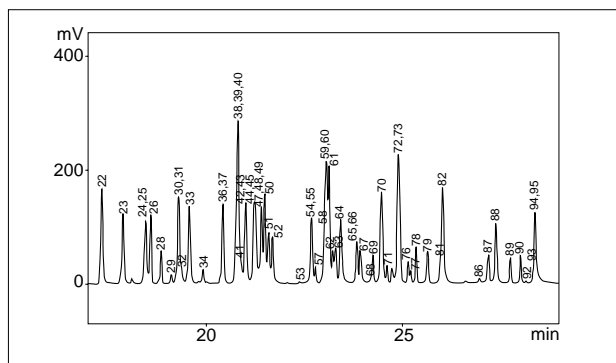


Fig.3 DB-1による124農薬のクロマトグラム(FTD,拡大図)
FTD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-1)
(Enlargement figure)

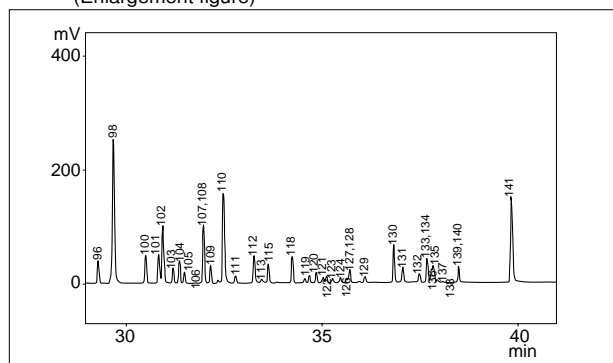


Fig.4 DB-1による124農薬のクロマトグラム(FTD,拡大図)
FTD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-1)
(Enlargement figure)

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Model	: GC-17AAFwFtE ver.3, AOC-20i	Detector	: FTD-17, ECD-17
Column	: DB-1 30m x 0.25mmI.D. df=0.25μm	Injector Temp.	: 280
Column Temp.	: 50 (1min)-20 /min-120 -5 /min-300 (10min)	Detector Temp.	: 300
Carrier Gas	: He, 150kPa	Injection Method	: High pressure splitless (300kPa 1min)
		Injection Volume	: 2μL

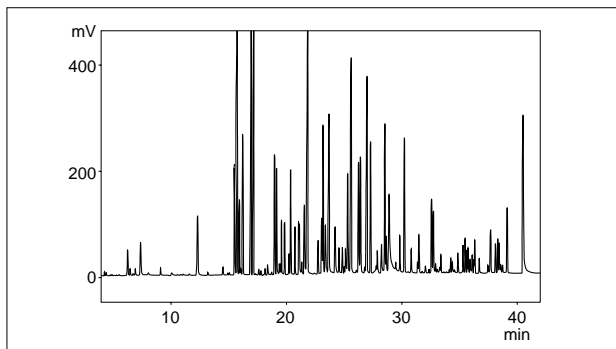


Fig.5 DB-1による124農薬のクロマトグラム (ECD, 全体図)
ECD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-1)

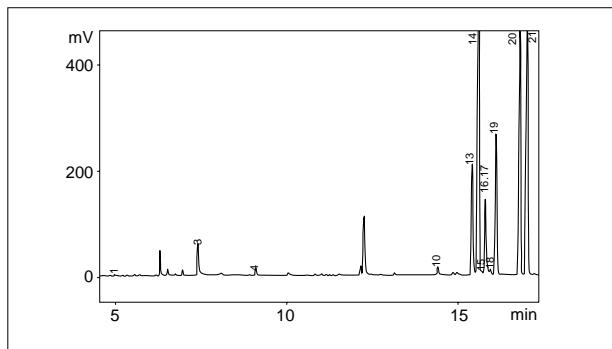


Fig.6 DB-1による124農薬のクロマトグラム (ECD, 拡大図)
ECD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-1)
(Enlargement figure)

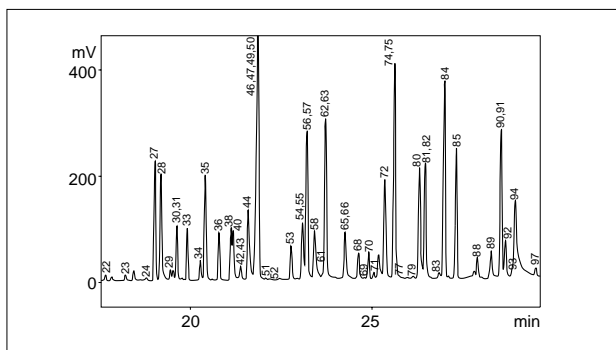


Fig.7 DB-1による124農薬のクロマトグラム (ECD, 拡大図)
ECD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-1)
(Enlargement figure)

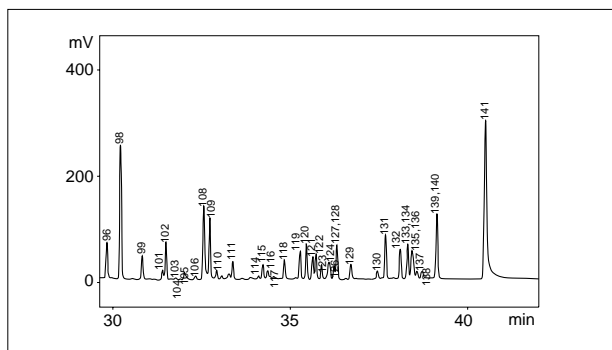


Fig.8 DB-1による124農薬のクロマトグラム (ECD, 拡大図)
ECD Chromatogram of 124 Pesticides (DB-1)
(Enlargement figure)

Table 2 DB-1における124農薬の相対保持時間 (EPNの保持時間を30分とする)

Relative retention time of 124 pesticides with DB-1 (Standard pesticide : EPN=30min)

Peak No.	成分名	相対保持時間	Peak No.	成分名	相対保持時間	Peak No.	成分名	相対保持時間	Peak No.	成分名	相対保持時間
1	DCIP	5.053	37	methiocarb	20.677	73	myclobutanil	25.172	109	cyhalothrin-2	32.506
2	methamidophos	6.973	38	dichlofluanid	20.995	74	dieldrin	25.427	110	pyraclofos	32.788
3	dichlorvos	7.337	39	pirimiphos-methyl	21.060	75	DDE(p,p')	25.427	111	acrinathrin	33.167
4	EPTC	9.179	40	dimethylvinphos(E)	21.060	76	difenzoquat methyl sulfate	25.457	112	bitertanol-1	33.616
5	propamocarb	9.827	41	esprocarb	21.136	77	pretiachlor	25.527	113	bitertanol-2	33.797
6	acephate	10.096	42	thiobencarb	21.267	78	flusilazole	25.665	114	permethrin-1	33.878
7	butylate	10.740	43	malathion	21.267	79	cyproconazole	25.947	115	pyridaben	33.987
8	isoprocarb	12.440	44	dimethylvinphos(Z)	21.469	80	endrin	26.103	116	permethrin-2	34.160
9	fenobucarb	13.916	45	fenthion	21.502	81	chlorfenapyr	26.285	117	inabenfide	34.300
10	ethoprophos	14.472	46	aldrin	21.663	82	fensulfthion	26.304	118	cafenstrole	34.617
11	chlorpropham	14.938	47	parathion	21.709	83	chlorobenzilate	26.647	119	cyfluthrin-1	35.042
12	bendiocarb	14.938	48	diethofencarb	21.709	84	DDD(p,p')	26.778	120	cyfluthrin-2	35.232
13	dimethipin	15.443	49	metolachlor	21.709	85	DDT(o,p')	27.104	121	cyfluthrin-3	35.400
14	BHC()	15.640	50	chlorpyrifos	21.730	86	mepronil	27.264	122	cyfluthrin-4	35.488
15	cadusafos	15.730	51	fosthiazate-1	21.882	87	lenacil	27.473	123	cypermethrin-1	35.649
16	trifluralin	15.864	52	fosthiazate-2	21.954	88	edifenphos	27.682	124	cypermethrin-2	35.840
17	dimethoate	15.896	53	captan	22.632	89	propiconazole-1	28.058	125	halfenprox	35.883
18	thiometon	16.021	54	pendimethalin	22.952	90	propiconazole-2	28.320	126	cypermethrin-3	36.009
19	BHC()	16.159	55	chlorfenvinphos()	22.952	91	DDT(p,p')	28.327	127	cypermethrin-4	36.086
20	BHC()	16.862	56	heptachlor epoxide	23.070	92	captafoz	28.439	128	flucythrinate-1	36.086
21	BHC()	17.060	57	pyrifenoxy-1	23.070	93	thenylchlor	28.698	129	flucythrinate-2	36.481
22	terbufos	17.573	58	chlorfenvinphos()	23.268	94	acetamidiprid	28.736	130	pyrimidifen	37.225
23	diazinon	18.122	59	phenthoate	23.296	95	tebuconazole	28.736	131	fenvalerate-1	37.451
24	etrimfos	18.695	60	quinalphos	23.296	96	pyributicarb	29.648	132	fenvalerate-2	37.869
25	ethiofencarb	18.700	61	isofenphos	23.397	97	dicofol	29.261	133	fluvialinate-1	38.083
26	pirimicarb	18.831	62	triadimenol	23.518	98	EPN	30.000	134	difenoconazole-1	38.083
27	tefluthrin	18.905	63	chinomethionat	23.549	99	bifenthrin	30.634	135	fluvialinate-2	38.193
28	metribuzin	19.075	64	vamidothion	23.698	100	tebufenpyrad	30.859	136	difenoconazole-2	38.227
29	bentazone	19.330	65	pyrifenoxy-2	24.094	101	furametpyr	31.192	137	pyrazoxyfen	38.329
30	parathion-methyl	19.514	66	paclobutrazol	24.109	102	phosalone	31.258	138	deltamethrin-1	38.475
31	dimethenamid	19.514	67	tricyclazole	24.218	103	mefenacet	31.521	139	deltamethrin-2	38.895
32	carbaryl	19.587	68	trichlamide	24.471	104	pyriproxyfen	31.727	140	tralomethrin	38.895
33	tolclofos-methyl	19.801	69	fludioxonil	24.525	105	cyhalofop-butyl	31.850	141	imibenconazole	40.263
34	alachlor	20.161	70	butamifos	24.754	106	cyhalothrin-1	32.116			
35	heptachlor	20.290	71	flutoluanil	24.869	107	amitraz	32.320			
36	fenitrothion	20.671	72	prothiofos	25.172	108	fenarimol	32.362			

参考文献 第4回環境化学討論会 講演要旨集 p.556-557 (1995)

日本分析化学会第48年会 講演要旨集 p.306 (1999)



島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

SHIMADZU CORPORATION
INTERNATIONAL MARKETING DIVISION

3, Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8448, Japan
Phone : (03) 3219-5641 FAX : (03) 3219-5710
Cable Add. : SHIMADZU TOKYO

3100-03009-18A-ADI
2000.3