

GC/MSによる有機リン系農薬の分析

Analysis of Phosphonate Pesticides by GC/MS

スミチオンやマラソンなど家庭園芸で知られる農薬は、有機リン酸エステル系農薬（有機リン剤）として広く農作物に使用されています。この系統の農薬は、分解しやすいという性質をもっているため、ガスクロマトグラフの分析で充填カラムを用いて測定するとき、担体の種類によっては、目的成分が吸着してピークが現われないか、テーリングの大きいピークとなって微量分析が困難になり、さらに分解ピークが多く現われ、どのピークが目的成分か判別できないことがあります。

溶融石英キャピラリカラム（FSキャピラリカラム）は、カラム中での分解や、テーリングが大変少ないのでこの種の農薬分析には最適のカラムといえます。一方、有機リン剤は、多くの商品が開発され、現在も医薬品と同様に、最も効果の高い農薬を求めて新しい農薬が研究されています。このアプリケーションニュースでは、有機リン剤19成分についてFSキャピラリカラムを取付けたGCMS-QP2000を用いて分析したデータを紹介します。

Fig.1に有機リン剤19成分の全イオンクロマトグラム、Table1はその有機リン剤の化合物名と分子量とを示しました。どのピークもほとんどテーリングが見られず良いクロマトグラムを示していますが、検出された18のピークのうち、の成分は分離せず、はわずかに分離していることがマススペクトルとマスクロマトグラムから判ります。

Table 1 有機リン剤
Phosphonate Pesticides

ピークNo	一般名(商品名)	分子量
①	DDVP(アス、ホスピット)	220
②	Salithion(サリチオン)	216
③	Dimethoate(ジメトエート)	229
④	Thiometon(エカチン)	246
⑤	Diazinon(ダイアジノン)	304
⑥	Ethyl thiometon(エカチンTD)	274
⑦	Formothion(アンチオ)	257
⑧	DAEP(アミホス)	243
⑨	IBP(キタジnP)	288
⑩	Methyl Parathion(メチルパラチオン)	263
⑪	Malathion(マラソン)	330
⑫	MPP(バイジット)	278
⑬	Chlorpyrifos(ダズバン)	349
⑭	Mecarban(ベスタン)	329
⑮	PAP(エルサン)	320
⑯	Vamidithion(キルバン)	287
⑰	CVMP(ガードサイド)	364
⑱	Ethion(エチオン)	384
⑲	CYP(シェアサイド)	303

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

GC	Column	: CBP-5(5% Phenyl Methyl Silicon) 25m×0.2mmφ
	Column Temp.	: 100℃→250℃ 5℃/min
	Inj. Temp.	: 300℃
	Sep. Temp.	: 280℃
	Split Ratio	: 80 : 1
MS	Ion Source Temp.	: 250℃
	Ion Ener	: 70eV

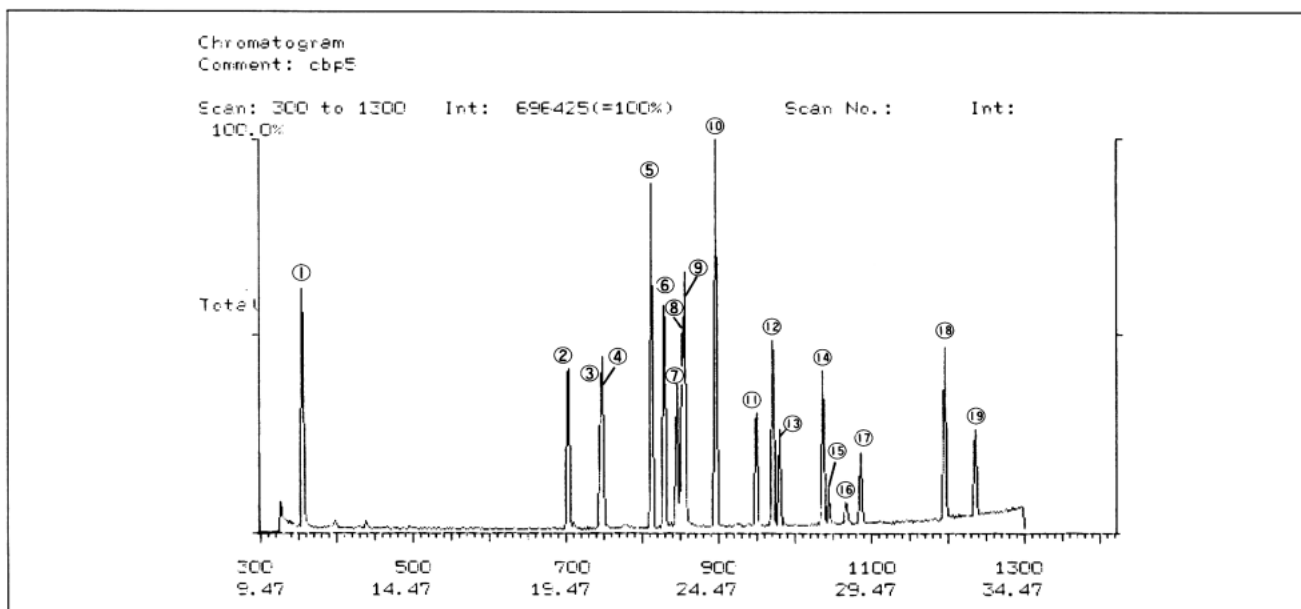


Fig.1 全イオンクロマトグラム
Total Ion Chromatogram

Fig.2, 3は、マスクロマトグラムにより各成分を定性したものです。(Dimethoate)の分子イオンm/z229,フラグメントイオンm/z87(マスクロマトグラム-1)と(Thiometon)の分子イオンm/z246(マスクロマトグラム-1)とフラグメン

トイオンm/z88(マスクロマトグラム-2)とがわずかに保持時間が異なることがわかります。同様に,(DAEP)と(IBP)は,m/z86と,m/z288,91のマスクロマトグラムから定性できます。

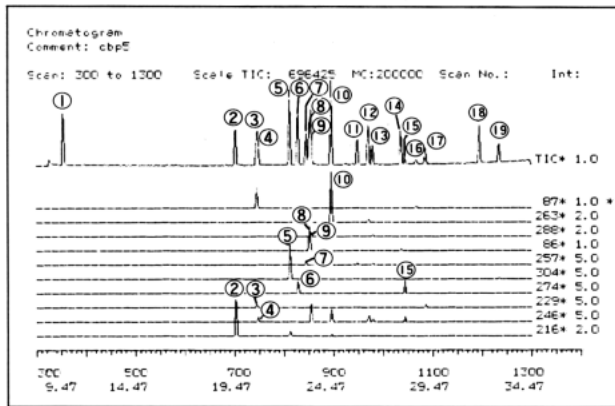


Fig.2 マスクロマトグラム(1)
Mass Chromatogram(1)

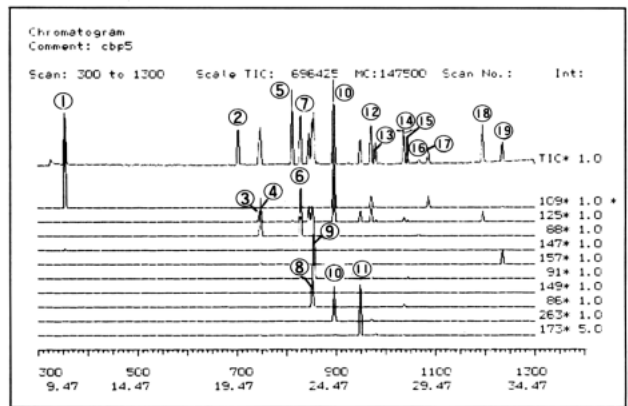
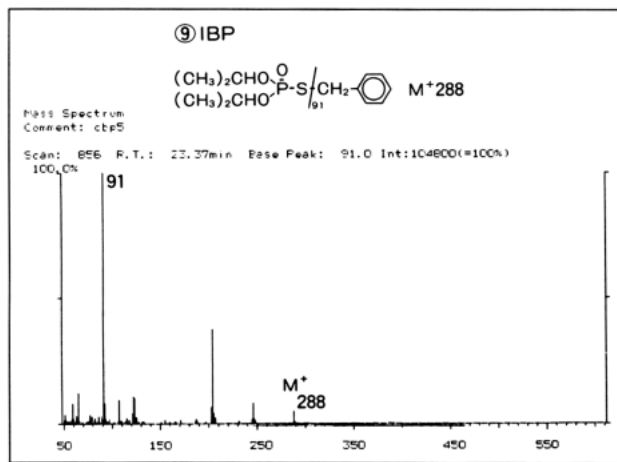


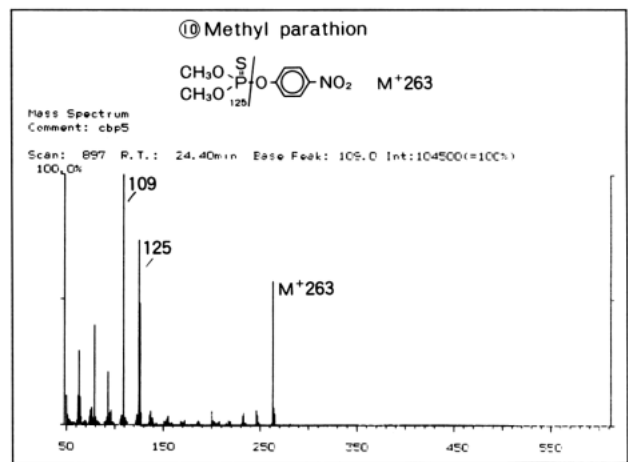
Fig.3 マスクロマトグラム(2)
Mass Chromatogram(2)

ピーク ⑨, ⑩, ⑫, ⑬ のマススペクトルを Fig.4 (a) ~ (d) に示します。リン酸エステル側の構造とアシル基側の構造によってマススペクト

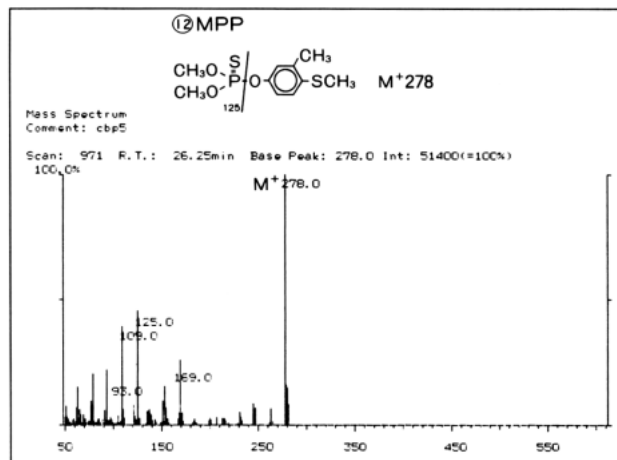
ルのパターンが変わります。それぞれの特徴あるm/zを選ぶことにより正確な定性をすることができます。



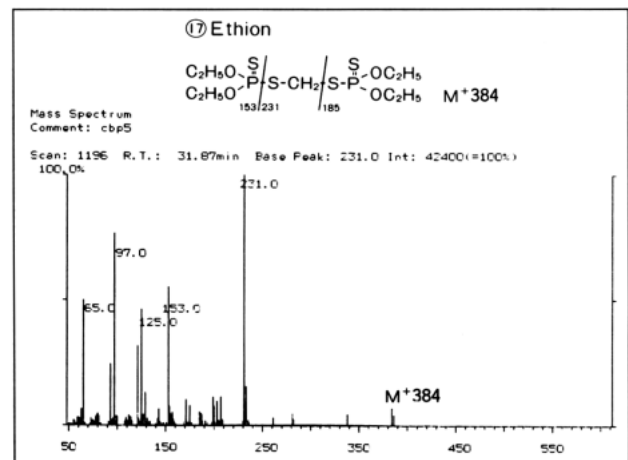
(a) ピーク⑨のマススペクトル
Mass Spectrum of Peak⑨



(b) ピーク⑩のマススペクトル
Mass Spectrum of Peak⑩



(c) ピーク⑫のマススペクトル
Mass Spectrum of Peak⑫



(d) ピーク⑬のマススペクトル
Mass Spectrum of Peak⑬

Fig.4 マススペクトル
Mass Spectrum