

## GC, GC/MS を用いた農薬分析における効果的な注入方法

## Progressive Injection Method in Pesticide Analysis using GC,GC/MS

## はじめに

## Introduction

GC, GC/MSによる農薬の分析においてはスプリットレス注入法がよく使用されます。スプリットレス注入法にはいくつかの注意点があります。不活性処理を施したガラスインサートとシリカウールの使用は対象成分の吸着や分解を防ぐ上で重要です。シリカウールの使用はカラムへの不揮発性成分導入を低減する効果がありますが、シリカウールの充填量によっては目的成分の分解を促進する場合があります。スプリットレス注入法では気化試料のカラムへの移行効率向上のため、サンプリング時間

中カラム入口圧を高圧に保つ高圧注入法もよく使用されます。スプリットレス高圧注入法では移行効率向上による高感度化や吸着、分解の低減を図ることができます。

本アプリケーションニュースではGC, GC/MS分析において分解性の高いN-メチルカルバメート系農薬と塩素系農薬について、シリカウール充填量と高圧注入の有無による比較を行ったので報告します。

Y. Okamura

## 結果と考察

## Result and Discussion

スプリットレス用不活性処理ガラスインサート下端から20mm上に不活性処理シリカウール1mgを充填し、高圧注入を使用した条件と使用しなかった条件にて測定しました。シリカウール充填量を10mgにした場合でも同様に測定しました。

GC/MS分析条件をTable 1に示しました。測定した農薬名と保持時間をTable 2に示しました。

結果のトータルイオンクロマトグラムをFig.2に示しました。シリカウール充填量1mgで高圧注入を使用した場合（Fig.2最上段）では、分解物ピーク1,2,3が他のクロマトグラムと比較して非常に小さく、カルバメート系農薬の分解が低く抑えられたことがわかります。また、エンドリンの分解生成物であるエンドリンアルデヒド（ピーク18）とエンドリンケトン（ピーク20）はほとんど検出しませんでした。シリカウールを10mg充填し、高圧注入を使用しなかった条件では、カルバメート系農薬ピーク6,11,12が分解され、ほとんど検出できなくなって

しまい、分解物ピーク1,2,3が非常に大きく検出されました。エンドリンの分解に関してシリカウール充填量1mg、高圧注入使用の結果と比較すると、エンドリン分解物ピーク18とピーク20が強く検出されました（ガラスインサート、カラム等の汚染状況によって分解の度合いは変化することもあります）。

今回の検討には、GCMS-QP2010用スプリットレスインサートP/N221-48876-04またはP/N221-48876-05（5本入り）に、レステック社製不活性処理済シリカウールCat.#20790を充填して使用しました。

以上のことから、

- ・高圧注入は農薬の分解が減少する
- ・シリカウール充填量が少ないと（約1mg）農薬の分解が減少することがわかりました。

農薬分析のスプリットレス注入時は、シリカウール充填量を約1mgとし高圧注入することをお勧めします。

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Model	: GCMS-QP2010	High Press.Injection	: 250kPa(1min)
-GC-		Inj.Temp.	: 260°C
Column	: Rtx-5MS 30m × 0.25mm I.D. df=0.25µm	Injection Method	: Splitless(1min)
Col.Temp.	: 80°C(1min)-20°C/min-180°C-5°C/min-280°C(10min)	Injection Volume	: 1µL
Carrier Gas	: He,45.0cm/sec;Constant Linear Velocity Mode		
-MS-		Ionization	: EI
I.F. Temp.	: 260°C	Scan Range	: m/z 40-500
I.S. Temp.	: 230°C	Scan Interval	: 0.5sec

Table 2 農薬名と保持時間  
Pesticide Name and Retention Time

ピーク#	農薬名	保持時間	ピーク#	化合物名	保持時間
1	ベンダイオカルブ分解物	5.306	11	エチオフェンカルブ	10.656
2	エチオフェンカルブ分解物	6.414	12	カルバリル	11.340
3	カルバリル分解物	7.108	13	アルドリル	12.360
4	オキサミル	7.268	14	p,p'-DDE	15.333
5	フェノブカルブ	7.910	15	ディルドリン	15.411
6	ベンダイオカルブ	8.532	16	エンドリン	16.107
7	-BHC	8.966	17	p,p'-DDD	16.677
8	-BHC	9.540	18	エンドリンアルデヒド	17.059
9	-BHC	9.687	19	p,p'-DDT	17.892
10	-BHC	10.231	20	エンドリンケトン	19.362

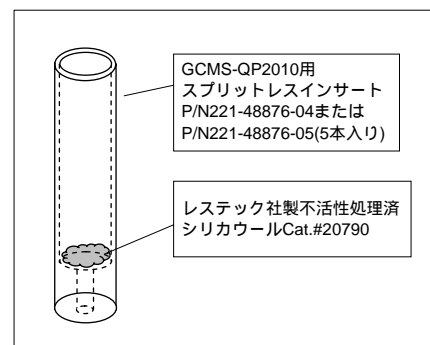


Fig.1 スプリットレスガラスインサート  
Splitless Glass Insert

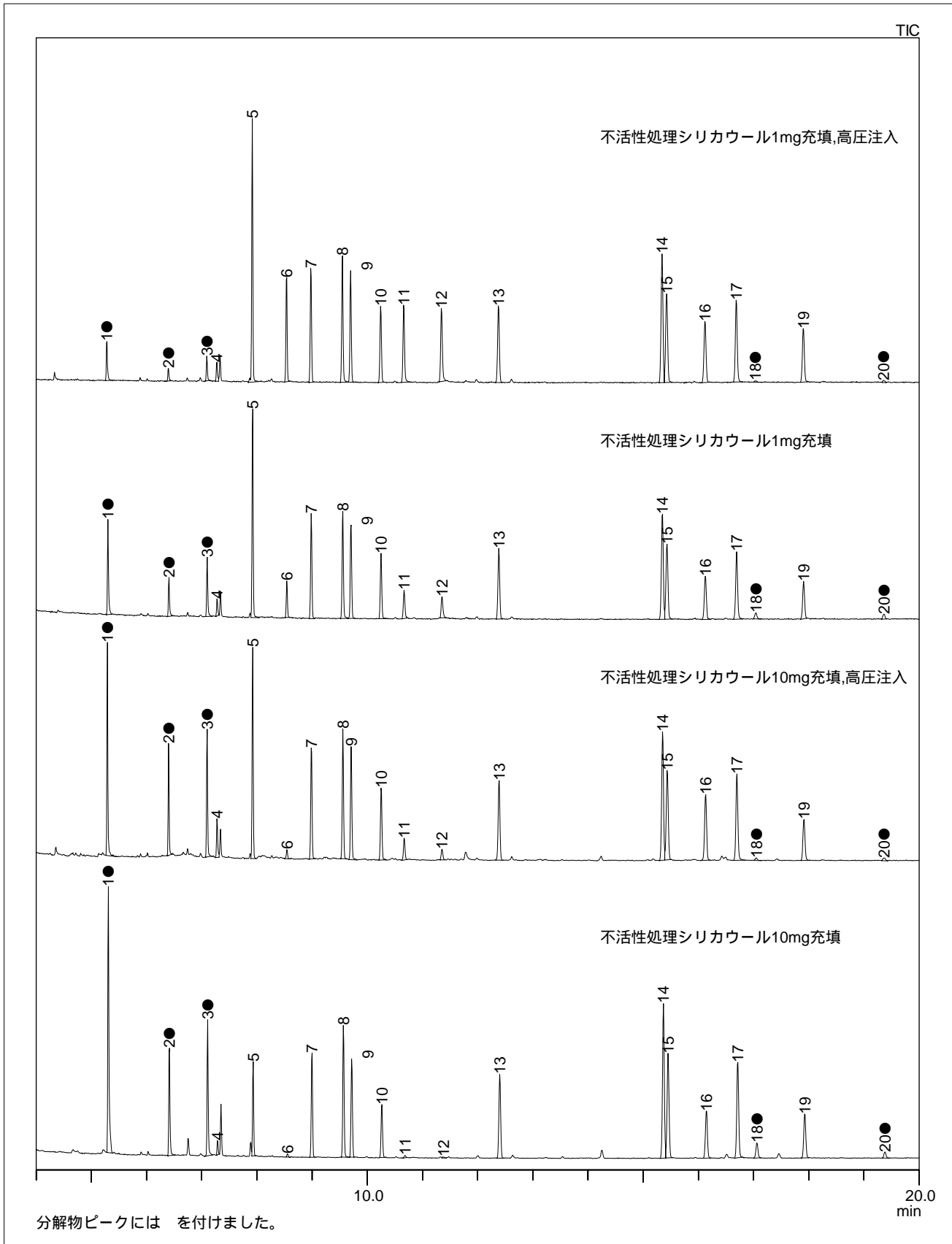


Fig.2 トータルイオンクロマトグラム比較  
Comparison of Total Ion Chromatogram