

Application Data Sheet

No.68

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

GC-MS/MSを用いた水道規制農薬(84種)の分析

Analysis of pesticides listed in the drinking water quality control in Japan using GC-MS/MS

水質管理目標設定項目の“目標 15 農薬類”のうち、検査方法が別添方法 5 で定められている84種の農薬(トリクロルホンは除く)をGC-MS/MSを用いて分析した結果を紹介します。

実験

別添方法 5 で定められている84種農薬と3種の内部標準物質の分析条件をTable 1に示します。

Table 1 分析条件

GC-MS	:GCMS-TQ8030	[MS]	
カラム	:Rtx-5MS (長さ30m, 0.25mm I.D., df=0.25 μm)	インターフェース温度	:250°C
ガラスインサート	:Sky Liner, Splitless Single Taper Gooseneck w/Wool (島津ジーエルシー, catalog# 567366)	イオン源温度	:230°C
[GC]		測定モード	:MRM(下記参照)
気化室温度	:250°C		
カラムオーブン温度	:80°C(2分)→(20°C/分)→180°C→(5°C/分)→280°C(3分)		
注入モード	:スプリットレス (高圧注入 250kPa, 2.3分)		
キャリアガス制御	:線速度 (44.5 cm/秒)		
注入量	:2 μL		

MRMモニタリング m/z

Compound Name	Quantitative Transition		Qualitative Transition		Compound Name	Quantitative Transition		Qualitative Transition	
	Precursor>Product	CE (V)	Precursor>Product	CE (V)		Precursor>Product	CE (V)	Precursor>Product	CE (V)
ジクロロホス(11)	184.9>109.0	18	184.9>93.0	13	イソフェンホス(22)	213.1>185.1	6	213.1>121.1	18
ジクロロベンシル(65)	170.9>136.0	13	170.9>100.0	23	キャブタム(29)	149.0>105.1	5	149.0>79.0	19
エトリアゾール(27)	210.9>182.9	10	210.9>139.9	20	ジメビペレート(78)	145.1>112.1	9	145.1>69.1	18
クロネブ(30)	205.9>190.9	12	205.9>140.9	19	フェトエート(79)	274.0>121.0	11	274.0>125.0	18
イソプロカルブ(54)	136.1>121.1	9	136.1>103.1	23	プロシトリン(61)	283.1>96.0	10	283.1>68.1	24
モリネート(60)	126.1>55.0	18	126.1>83.1	6	ブタミホスオキシソ(41)	244.0>216.0	7	244.0>136.1	15
フェブカルブ(12)	150.1>121.1	9	150.1>103.1	23	メチダチオン(57)	145.0>85.0	8	145.0>58.0	18
トリフルリン(100)	306.1>264.0	7	306.1>206.1	17	9-プロモアントラセン(ISTD)	256.0>177.1	18	256.0>151.1	30
ペンフルリン(43)	292.1>264.0	9	292.1>206.1	14	α-エンドスルファン(69)	240.9>205.9	13	240.9>170.0	26
ペンシクロン(33)	180.1>125.0	10	180.1>89.0	29	ブタミホス(41)	286.1>202.1	17	286.1>185.0	27
ジメエート(66)	125.0>79.0	10	125.0>62.0	8	ナプロパスト(39)	128.1>72.1	7	128.1>100.1	9
マジン(2)	201.1>173.1	6	201.1>186.1	7	フルトラニル(32)	173.0>145.0	18	173.0>95.0	27
アトラジン(63)	215.2>200.1	8	215.2>173.1	6	イソキサチオンオキシソ(5)	161.1>105.0	11	161.1>77.0	25
ダイアジノオキシソ(6)	273.1>137.1	18	273.1>217.0	10	イソプロチオラン(8)	290.1>204.1	5	290.1>118.0	14
プロピサミド(10)	172.9>144.9	15	172.9>109.0	27	プレチラコロール(53)	238.1>162.2	11	238.1>146.2	10
ピロキロン(50)	173.1>130.1	20	173.1>144.1	23	フェンチオンオキシソスルホキシド(71)	262.1>247.1	11	262.1>109.0	22
ダイアジン(6)	304.1>179.2	10	304.1>162.1	9	CNP-アミド体(14)	287.0>108.1	19	287.0>217.0	13
アントラセン-d10(ISTD)	188.2>160.1	20	188.2>158.1	30	フェンチオンオキシソスルホ(71)	294.1>104.1	19	294.1>230.2	8
エチルチオマトン(81)	274.1>88.0	6	274.1>60.0	22	ブプロフェン(80)	172.1>57.1	18	172.1>131.1	6
クロタロニル(9)	265.9>230.9	19	265.9>169.9	23	イソキサチオン(5)	312.9>177.0	7	312.9>130.0	17
イプロヘンホス(15)	204.0>91.0	8	204.0>122.0	15	β-エンドスルファン(69)	240.9>205.9	18	240.9>170.0	23
トルクロホスメチルオキシソ(31)	249.0>199.0	26	249.0>233.9	15	フェンチオンスルホキシド(71)	278.0>109.0	20	278.0>169.1	14
フェトチオンオキシソ(7)	244.0>109.0	16	244.0>93.0	18	フェンチオンスルホ(71)	310.0>109.0	24	310.0>105.1	16
プロモブチド(59)	232.2>176.1	10	232.2>114.1	9	メプロニル(35)	269.1>119.1	18	269.1>227.1	5
テルブカルブ(38)	205.2>177.1	8	205.2>145.1	18	クロロニトロフェン(13)	318.9>288.9	12	318.9>238.0	10
マラオキシソ(73)	127.1>99.0	7	127.1>109.0	10	エチフェンホス(49)	310.0>173.0	13	310.0>109.1	25
シメトリン(77)	213.2>170.1	10	213.2>185.1	7	プロピコナゾール-1(97)	259.1>69.0	13	259.1>173.0	18
トルクロホスメチル(31)	265.0>249.9	15	265.0>219.9	23	エンドスルフェート(69)	271.8>236.8	18	271.8>234.8	19
アラコロール(47)	188.1>160.1	10	188.1>131.1	22	プロピコナゾール-2(97)	259.0>69.0	11	259.0>172.9	19
メタキシル(34)	249.2>190.2	6	249.2>146.1	18	EPNオキシソ(16)	141.0>77.0	18	141.0>51.0	30
フェンチオンオキシソ(71)	262.0>247.0	8	262.0>109.0	26	テニルカロール(56)	288.1>141.0	13	288.1>174.1	7
ジチオヒル(37)	354.1>306.0	7	354.1>286.0	17	ヒリブチカルブ(40)	165.1>108.1	10	165.1>93.0	25
フェトチオン(7)	277.0>260.1	7	277.0>109.0	20	イロジジオン(26)	314.0>244.9	11	314.0>56.0	25
エスプロカルブ(83)	222.1>91.0	19	222.1>162.2	7	ヒリダフェンチオン(25)	340.0>199.1	8	340.0>109.0	22
マラソン(73)	173.1>127.1	7	173.1>99.0	18	クリセチン-d12(ISTD)	240.2>236.1	30	240.2>238.2	20
チオベンカルブ(3)	257.1>100.1	7	257.1>72.1	23	EPN(16)	157.0>77.0	24	157.0>110.0	14
クロロピリホスオキシソ(23)	298.0>241.8	14	298.0>269.9	6	ピロホス(88)	320.2>122.1	10	320.2>81.0	26
フェンチオン(71)	278.1>109.0	18	278.1>169.0	18	ピフェックス(85)	341.1>309.9	6	341.1>188.8	19
クロロピリホス(23)	314.0>257.9	19	314.0>285.9	7	アニコホス(62)	226.1>184.0	5	226.1>157.0	13
イソフェンホスオキシソ(22)	229.1>201.0	10	229.1>121.1	24	ヒリブチカルブ(99)	136.1>78.0	20	136.1>96.0	14
フサライド(51)	242.8>214.8	18	242.8>178.9	26	メフェナセット(52)	192.0>136.0	17	192.0>109.0	28
ジメタリン(89)	212.1>122.1	13	212.1>94.0	22	カフエントロール(101)	188.2>119.1	22	188.2>82.0	20
ペンテチメタリン(44)	252.1>162.1	11	252.1>191.1	8	エトフェンロックス(70)	163.1>135.1	10	163.1>107.1	19
メチルタイムロン(46)	107.1>106.1	13	107.1>77.0	25					

分析結果

84種農薬の混合標準試料(5 µg/L)を用いて、繰り返し分析精度(n=5)を測定した結果を示します。

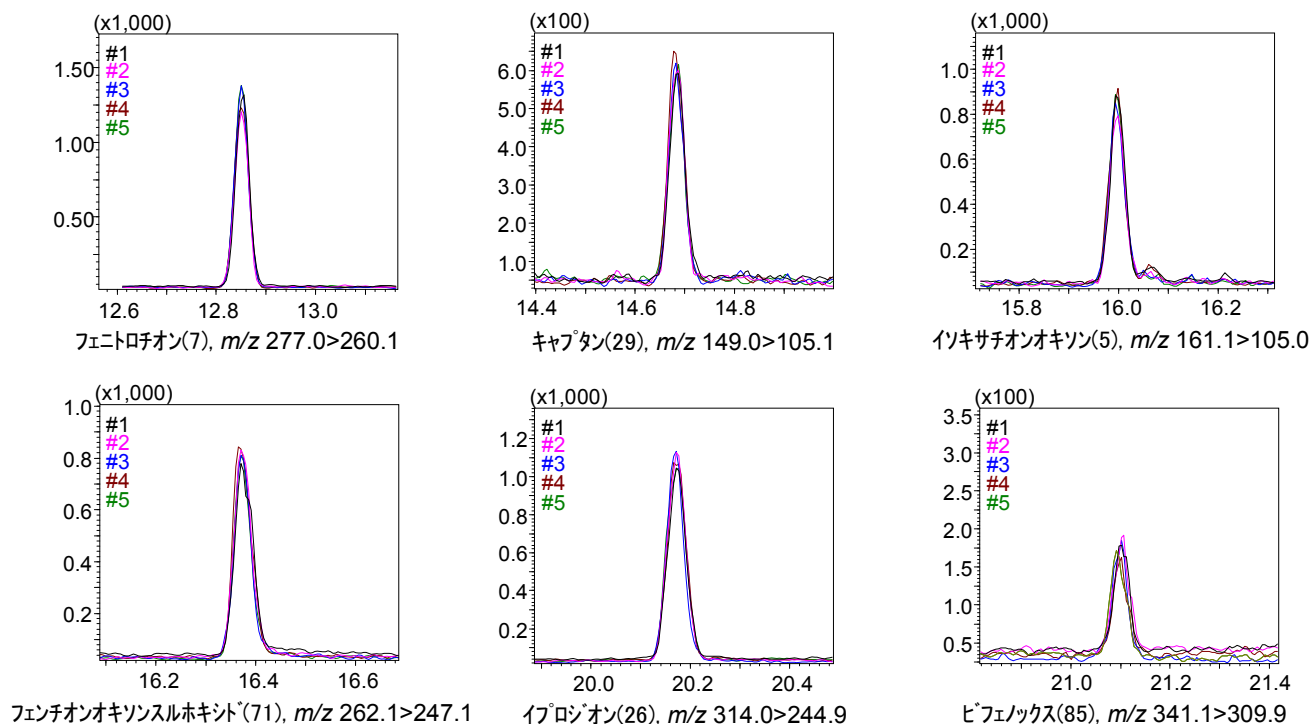


Fig. 1 各農薬の連続5分析におけるマスクロマトグラム

Table 2 繰り返し分析精度 (n=5、面積比)

Compound Name	%RSD	Compound Name	%RSD	Compound Name	%RSD
シクロロホス(11)	1.62	メタラキシル(34)	3.01	プレチラクロール(53)	7.26
シクロヘニル(65)	0.73	フェンチオンオキシロン(71)	1.88	フェンチオンオキシロンスルホキシド(71)	5.72
エトリジアゾール(27)	3.38	ジチオピル(37)	0.66	CNP-アミノ体(14)	1.04
クロロネブ(30)	0.89	フェニトロチオン(7)	5.72	フェンチオンオキシロンスルホン(71)	1.19
イソプロカルブ(54)	0.47	エスプロカルブ(83)	1.30	プロロフェシン(80)	2.14
モリネート(60)	1.25	マラソン(73)	0.82	イソキサチオン(5)	8.25
フェノカルブ(12)	0.65	チオベンカルブ(3)	2.83	β-エンドスルファン(69)	5.28
トリフルラン(100)	1.71	クロルピリホスオキシロン(23)	4.14	フェンチオンスルホキシド(71)	3.17
ペンフルラリン(43)	2.09	フェンチオン(71)	1.17	フェンチオンスルホン(71)	9.61
ペンシクロン(33)	0.23	クロルピリホス(23)	2.40	メプロニル(35)	3.62
ジメエート(66)	2.98	イソフェンホスオキシロン(22)	2.03	クロルニトロフェン(13)	1.82
シマジン(2)	1.17	フサライド(51)	1.03	エチフェンホス(49)	1.06
アトランジン(63)	3.51	ジメタメリン(89)	1.37	プロピコナゾール-1(97)	7.70
ダイアジノンオキシロン(6)	1.37	ペンテイメタリン(44)	3.38	エンドスルフェート(69)	2.98
プロピサミド(10)	1.39	メチルダタイムロン(46)	2.29	プロピコナゾール-2(97)	5.75
ピロキロン(50)	1.36	イソフェンホス(22)	2.93	EPNオキシロン(16)	2.31
ダイアジノン(6)	3.15	キャブタン(29)	7.46	テニルクロール(56)	5.43
エチルチオメトン(81)	3.37	ジメピペレート(78)	3.64	ピリプロチカルブ(40)	0.88
クロロタロニル(9)	1.57	フェントエート(79)	2.65	イプロジオン(26)	3.03
イプロヘンホス(15)	1.29	プロシメト(61)	0.87	ピリダフェンチオン(25)	3.78
トルクロホスメチルオキシロン(31)	1.56	ブタミホスオキシロン(41)	4.28	EPN(16)	2.85
フェニトロチオンオキシロン(7)	3.75	メチダチオン(57)	2.27	ピロホス(88)	5.48
プロモプロチ(59)	4.98	α-エンドスルファン(69)	1.78	ビフェノックス(85)	7.02
テルブカルブ(38)	1.08	ブタミホス(41)	5.57	アニコホス(62)	2.48
マラオキシロン(73)	2.64	ナプロバミト(39)	2.38	ピリプロキシフェン(99)	2.39
シメリン(77)	3.14	フルタニル(32)	1.40	メフェナセト(52)	1.70
トルクロホスメチル(31)	2.33	イソキサチオンオキシロン(5)	2.71	カフェンストロール(101)	3.14
アラクロール(47)	1.12	イソプロチオラン(8)	4.96	イトフェンプロックス(70)	1.10

株式会社 島津製作所

分析計測事業部 <http://www.an.shimadzu.co.jp/>

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原作者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。