

Application Data Sheet

No. 112

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

ヘッドスペースーGC/MSによる 水中のジチオカルバメート系農薬の分析

Analysis of Dithiocarbamate Pesticide in Water Using Headspace – GC-MS

平成27年4月1日にジチオカルバメート系農薬が水質管理目標設定項目の“目標15農薬類”の対象農薬リストに掲載されました。検査方法には参考法として“ヘッドスペースーGC-MS法(別添方法24)”が設定されました。ジチオカルバメート系農薬は酸性下で二硫化炭素に分解されるため、ジチオカルバメート系農薬(ジネブ、ジラム、チウラム、プロピネブ、ポリカーバメート、マンゼブ(マンコゼブ)およびマンネブ)を塩酸で分解し、二硫化炭素として測定します。

本データシートではヘッドスペースーGC/MSによる水中の二硫化炭素分析の定量性について検討した結果をご紹介します。

実験

別添方法24の手順に従い、二硫化炭素をメタノールで希釈し、10mg/mLの二硫化炭素標準原液を調製しました。二硫化炭素標準原液を用いて、二硫化炭素が0.2, 0.5, 2, 5 μg/mL、内部標準物質のフルオロベンゼンが12.5 μg/mLの濃度となるようにメタノールで希釈して、二硫化炭素標準液系列を調製しました。

標準試料については、ミネラルウォーター(Volvic) 10 mLに塩化ナトリウム 3 gおよび塩酸 10 μLを加えた後、各濃度の二硫化炭素標準液2 μLを添加し、二硫化炭素が0.04, 0.1, 0.4, 1 μg/L、フルオロベンゼンが2.5 μg/Lの濃度にそれぞれなるように調製しました。次いで、バイアルを振り混ぜた後、100°Cで1時間加熱し、室温で30分以上静置しました。調製した標準試料をTable 1の分析条件で測定しました。

Table 1 分析条件

ヘッドスペースガスサンプラー: HS-20			
ガスクロマトグラフ質量分析計: GCMS-QP2010 Ultra			
HS	モード:	ループ (容量 1 mL)	
	オープン温度:	50 °C	
	バイアル保温時間:	30 分	
GC	カラム:	Rtx-624 (60 m x 0.32 mm I.D., 1.8 μm)*1	MS
	注入モード:	スプリット	イオン源温度:
	スプリット比:	10	インターフェース温度:
	制御モード:	線速度一定 (40 cm/秒)	測定モード:
	オープン温度:	40 °C (5 分) → (20 °C/分) → 230 °C (3 分)	イベント時間:
			200 °C
			230 °C
			SIMモード
			0.3 秒

*1 コードNo.: 10972 (RESTEK製, 島津ジーエルシー)

分析結果

二硫化炭素の濃度が4 μg/Lとなるように添加した水道水試料をScanモードで測定して得られたトータルイオンカレントクロマトグラムをFig. 1に示します。揮発性有機化合物 (VOCs)の分析と同一のシステムを用いて検討し、二硫化炭素と水道水に含まれる成分との分離を確認しました。

0.04 μg/L標準試料のSIMクロマトグラムをFig. 2に示します。目標値の100分の1以下の濃度においても十分な感度を得られました。また、検量線の直線性(相関係数: R)は、0.9999でした。(Fig. 3)

0.04 μg/L標準試料の繰り返し分析精度の結果をTable 2に示します。繰り返し分析精度は2.87%と良好な結果が得られました。

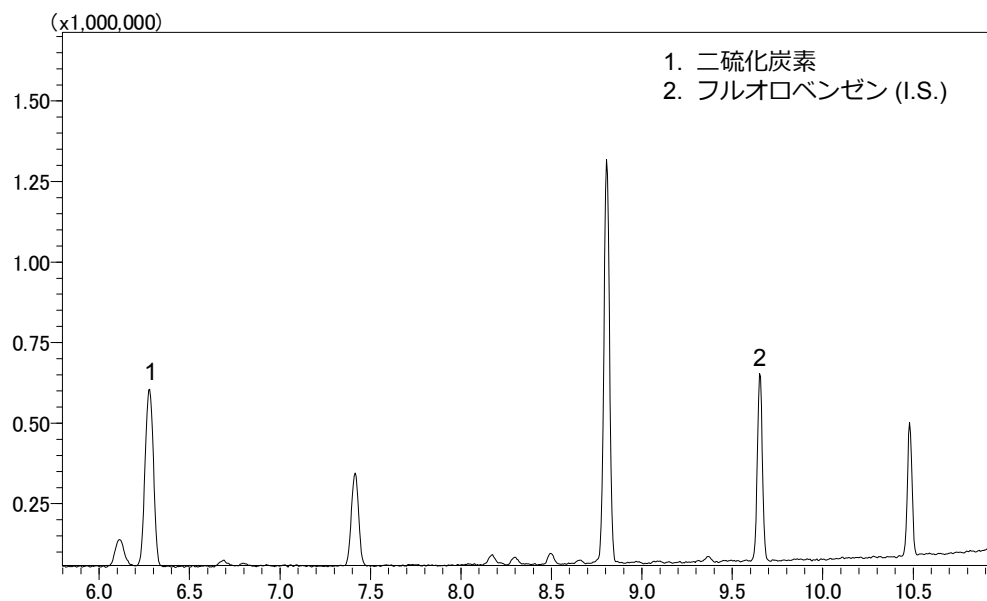


Fig.1 4 µg/L 水道水試料のトータルイオンカレントクロマトグラム
(水道水に二硫化炭素が4 µg/Lとなるように添加)

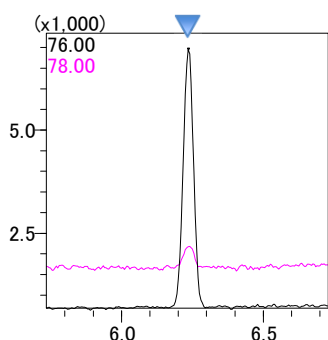


Fig.2 0.04 µg/L 標準試料のSIMクロマトグラム

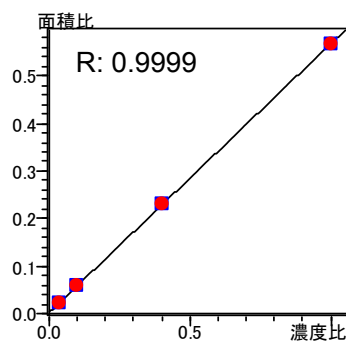


Fig.3 検量線 (0.04 - 1 µg/L)

※通知法に記載されている範囲: 0.05 - 10 µg/L

Table 2 繰り返し分析精度 (0.04 µg/L, n=5)

ID	化合物名	データ1	データ2	データ3	データ4	データ5	平均	標準偏差	変動係数(%)
1	二硫化炭素	0.0406	0.0401	0.0387	0.0401	0.0379	0.0395	0.0011	2.87

まとめ

ヘッドスペース-GC/MSとしてHS-20-GCMS-QP2010 Ultraシステムを用い、水中の二硫化炭素の分析を検討しました。その結果、本システムを使用することでジチオカルバメート系農薬の分解生成物である二硫化炭素を、高感度で精度よく測定することができました。

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。