

Application Data Sheet

No. 113

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

パージ・トラップーGC/MSによる 水中のダゾメットおよびメタムの分析

Analysis of Dazomet and Metam in Water Using Purge and Trap – GC-MS

平成27年4月1日にダゾメットおよびメタム（カーバム）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“パージ・トラップーGC-MS法（別添方法 23）”が設定されました。ダゾメットおよびメタムは水分と反応してメチルイソチオシアネート（MITC）に分解されるため、これらの農薬を加水分解し、MITCとして測定します。

本データシートではパージ・トラップーGC/MSによる水中のMITCの定量性について検討した結果をご紹介します。

実験

MITCをメタノールで希釈し、0.05, 0.125, 0.5, 1.25 $\mu\text{g/mL}$ のMITC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）5 mLに対して各濃度のMITC標準液を2 μL の割合で添加し、MITCが0.02, 0.05, 0.2, 0.5 $\mu\text{g/L}$ となるように調製しました。次いで、標準試料を気泡が入らないようにパージ・トラップ専用バイアルに移し、80°Cで1時間以上加熱^{注1)}した後、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。

なお、フルオロベンゼン（内部標準物質）については、メタノールで希釈して12.5 $\mu\text{g/mL}$ 内部標準液を調製し、本システムの内部標準自動添加機能を用いて水中濃度が5 $\mu\text{g/L}$ となるように添加しました。

Table 1 分析条件

パージ・トラップガスサンプラー: AquaPT 6000		ガスクロマトグラフ質量分析計: GCMS-QP2010 Ultra	
HS	トラップ管:	AQUA TRAP 1	
	サンプル量:	5 mL	
	パージ時間:	6 分	
	パージ流量:	40 mL/分	
	サンプルヒータ:	ON (60 °C)	
	ドライパージ時間:	1 分	
	デソープ温度:	220 °C	
	デソープ時間:	2 分	
GC	カラム:	InertCap AQUATIC (60 m x 0.25 mm I.D., 1.00 μm) ^{*1}	MS
	気化室温度:	150 °C	
	注入モード:	スプリット	
	スプリット比:	3	
	パージ流量:	3.5 mL/分	
	制御モード:	圧力一定 (180 kPa)	
	オープン温度:	40 °C (1 分) → (15 °C/分) → 200 °C (10分)	
		インターフェース温度:	200 °C
		測定モード:	SIMモード
		イベント時間:	0.3 秒

*1 コードNo.: 1010-29165 (ジエールサイエンス)

注1) バイアルにキズやひびがあったり、サンプルを入れすぎたりすると、恒温槽で加熱する際にバイアルが破損することがあります。使用前にバイアルの状態を確認するとともに、トレーを敷くなどして漏水対策を行ってください。

分析結果

0.5 µg/L標準試料をSIM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でMITCを測定することができました。

0.02 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の濃度においても十分な感度が得られました。また、検量線の直線性(相関係数: R)は、0.9999でした。(Fig. 3)

0.02 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2.23%と良好な結果が得られました。

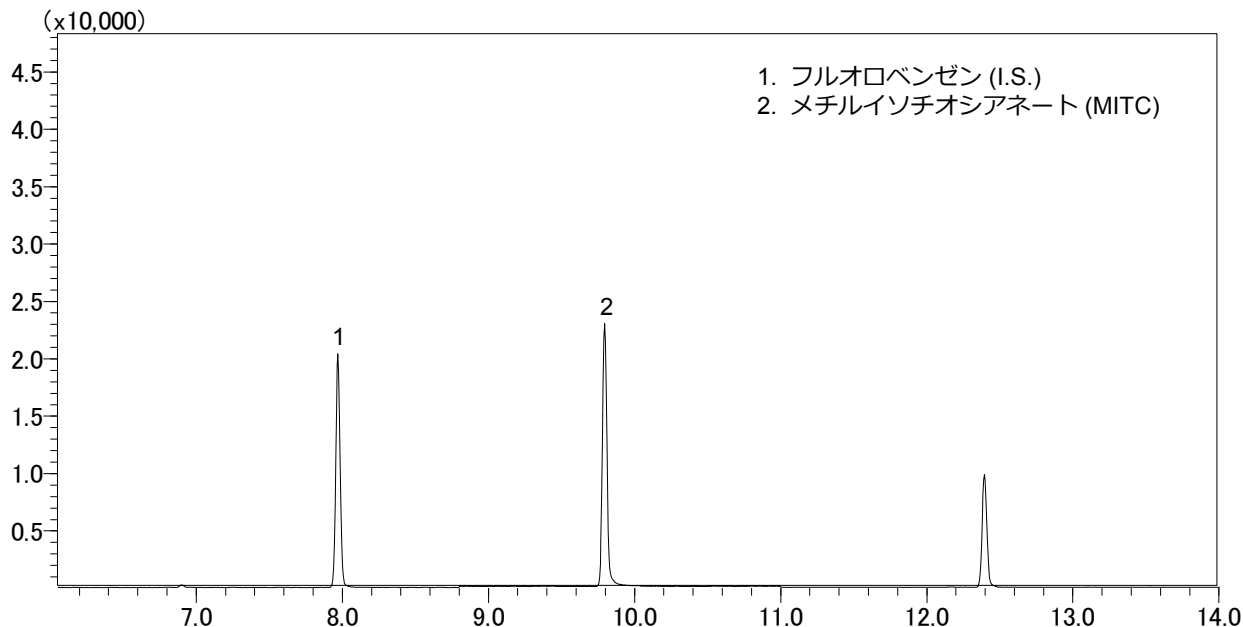


Fig.1 0.5 µg/L MITC標準試料のSIMモードで得られたトータルイオンカレントクロマトグラム

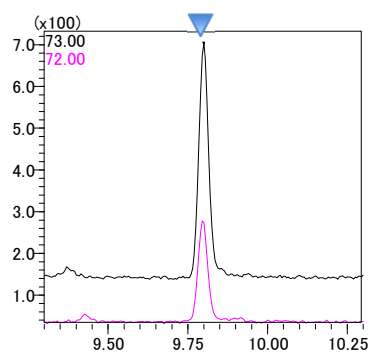


Fig.2 0.02 µg/L 標準試料のSIMクロマトグラム

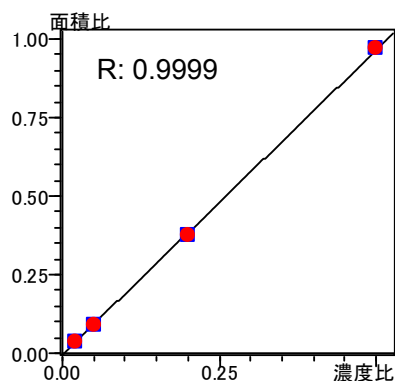


Fig.3 検量線 (0.02 – 0.5 µg/L)

Table 2 繰り返し分析精度 (0.02 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	メチルイソチオシアネート	0.0208	0.0209	0.0208	0.0200	0.0200	0.0205	0.0005	2.23

まとめ

パージ・トラップにAquaPT 6000を、GC/MSにGCMS-QP2010 Ultraを用い、VOC測定と同一システムで分析条件の検討を行いました。その結果、本システムを使用することで、VOCと同一カラムでダゾメットおよびメタムの分解生成物であるメチルイソチオシアネート (MITC)を高感度で精度よく測定できました。

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。

初版発行: 2015年6月
© Shimadzu Corporation, 2015