

Application
Data Sheet

No. 126

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

水素キャリアガスを利用したGC-MSでの農薬一斉分析

Simultaneous analysis of pesticides by GC-MS using hydrogen carrier gas

ヘリウムガスはGC/MSのキャリアガスとして使用されますが、近年のヘリウムガスの供給不足や価格高騰から、代替ガスとして水素の利用が進んでいます。代替ガスとして水素を使用する場合、ヘリウムに近い感度が得られるうえ、高速分析が可能などのメリットがありますが、可燃性があるため取扱いに注意が必要になります。水素ガス発生装置は水の電気分解から水素を得ているため、水素の貯蔵量が格段に少なく済むので、ガスボンベでの運用に比べ安全性が格段に向上します。また、継続的なガスボンベ購入の必要がなく、ランニングコストの低減が可能です。

本データシートでは、新型ターボ分子ポンプを搭載し水素キャリアガスにも余裕で対応可能なGCMS-QP2020に水素ガス発生装置を組み合わせ、農薬の一斉分析での有用性を評価しました。

実験

59種類の農薬を含む農薬標準試料を希釈して0.005, 0.01, 0.05, 0.1, 0.5 mg/Lの混合標準溶液を調製しました。メソッドはRestek CorporationがWebで提供している「EZGC™ Method Translator*」(<http://www.restek.com/ezgc-mtfc>)を用いて作成しました。「EZGC™ Method Translator*」に関しては、アプリケーションデータシートNo.120をご参照ください。

Table 1 分析条件

GC-MS:	GCMS-QP2020
水素ガス発生装置:	Precision H ₂ Trace (PEAK Scientific)
カラム:	SH-Rxi-5MS [長さ 20 m, 0.18 mm I.D., df = 0.36 μm] (P/N:227-36017-01)
ガラスインサート:	Sky® Single Taper Inlet Liner w/ Wool(P/N 23336.5)

[GC]

気化室温度:	250 °C
カラムオープン温度:	80 °C(1.15分)→(30.7 °C/分)→ 180 °C→(7.1 °C/分)→280 °C(2.1分)
注入モード:	スプリットレス
キャリアガス制御:	線速度一定(75.9 cm/秒)
注入量:	2 μL
サンプリング時間:	2 分
高圧注入:	250 kPa(2.3分)

[MS]

イオン化モード:	EI
インターフェース温度:	250 °C
イオン源温度:	230 °C
測定モード:	SIMモード
イベント時間:	0.3秒
SIMモニタリングm/z:	下記参照



Fig.1 水素ガス発生装置 Precision H₂ Trace (PEAK Scientific)とGCMS-QP2020

Table 2 SIMモニタリング m/z

Compound Name	定量m/z	確認m/z	Compound Name	定量m/z	確認m/z	Compound Name	定量m/z	確認m/z
Dichlorvos	185	109.0	Malaoxon	127	99.0, 195.0	Flutolanil	173	281.0
Dichlobenil	171	173.0	Simetryn	213	170.0	Isoprothiolane	189	118.0
Etridiazole	213	211.0	Tolclophos-methyl	265	125.0	Buprofezin	105	175.0
Chloroneb	193	191.0	Alachlor	188	160.0	Mepronil	119	269.0
Isoproc carb	136	121.0	Dithiopyr	354	306.0	Chlornitrofen	319	317.0
Molinate	126	98.0	Fenitrothion	277	260.0	Edifenphos	310	109.0
Fenobucarb	150	121.0	Esprocarb	91	222.0	Propiconazole-1	259	261.0
Trifluralin	306	290.0	Thiobencarb	100	72.0	Endosulfan	272	274.0
Pencycuron	125	180.0	Fenthion	278	125.0, 153.0	Propiconazole-2	259	261.0
Dimethoate	87	125.0	Chlorpyrifos	314	197.0	Thenylchlor	127	288.0
Simazine	201	186.0	Fthalide	243	241.0	Pyributicarb	165	108.0
Atrazine	215	200.0	Dimethametryn	212	255.0	Iprodione	314	316.0
Propyzamide	175	173.0	Pendimethalin	252	281.0	Pyridaphenthion	340	199.0
Pyroquilon	130	173.0	Methyldymron	107	119.0	EPN	157	169.0
Diazinon	304	179.0	Isofenphos	213	185.0	Piperophos	122	140.0
Ethylthiomethon	89	97.0	Captan	79	117.0, 149.0	Anilofos	226	125.0
Chlorothalonil	266	264.0	Phenthoate	274	125.0	Pyriproxyfen	136	226.0
Iprobenfos	204	91.0	Procymidone	96	283.0	Cafenstrole	100	188.0
Bromobutide	120	119.0	Methidathion	145	85.0	Ethofenprox	163	135.0
Terbutcarb	220	205.0	Butamifos	286	200.0			

分析結果

カラムの長さを30 mから20 mに変更し、「EZGC™ Method Translator*」でメソッド変換することで、ヘリウムでの分析条件に比べ、分析時間を30分から20分に短縮することができました。GCMS-QP2020は、新型ターボ分子ポンプを搭載しており、水素キャリアガスでの分析においても農薬を高感度に分析することができました。Fig.2にフェントロチオンの濃度0.01 mg/Lのクロマトグラムと検量線を示します。

濃度0.01 mg/Lにおける繰り返し再現性(n=5)と検量線の直線性の結果をTable 3に示します。ほとんどの成分で%RSDは10 %以下であり、全ての成分で検量線の直線性(決定係数:R²)は0.998以上と、良好な結果が得られました。

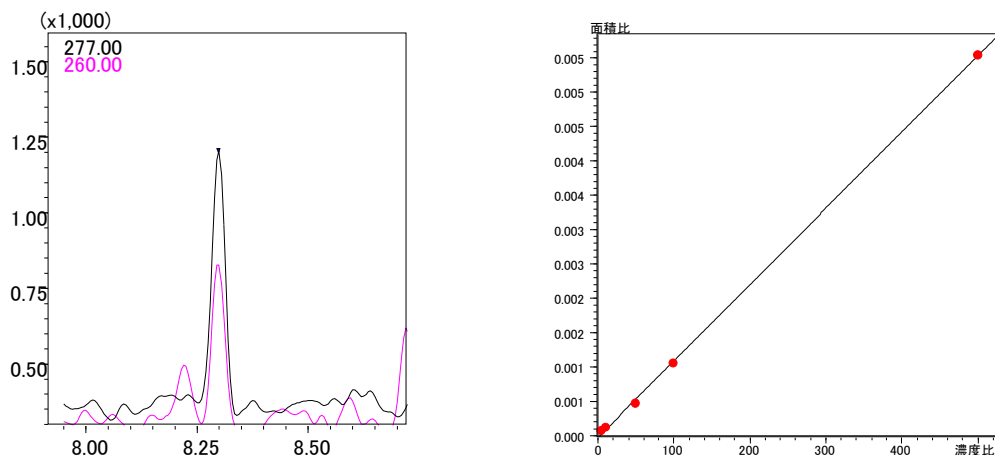


Fig. 2 Fenitrothion 0.01 mg/Lのクロマトグラム(左)と検量線(右)

Table 3 面積繰り返し再現性(n=5, 0.01 mg/L)と検量線直線性(R²)

Compound Name	%RSD	R ²	Compound Name	%RSD	R ²	Compound Name	%RSD	R ²
Dichlorvos	7.3	0.9993	Malaoxon	8.2	0.9987	Flutolanil	1.0	0.9996
Dichlobenil	3.7	0.9993	Simetryn	4.7	0.9987	Isoprothiolane	8.5	0.9997
Etridiazole	4.9	0.9996	Tolclophos-methyl	4.2	0.9991	Buprofezin	8.1	1.0000
Chloroneb	2.8	0.9996	Alachlor	10.0	0.9994	Mepronil	5.3	0.9992
Isoproc carb	3.9	0.9994	Dithiopyr	5.0	0.9982	Chloronitrofen	5.5	0.9988
Molinate	4.2	0.9980	Fenitrothion	4.1	0.9996	Edifenphos	9.8	0.9994
Fenobucarb	4.5	0.9993	Esproc carb	2.0	0.9998	Propiconazole-1	7.6	0.9993
Trifluralin	4.7	0.9998	Thiobencarb	2.4	0.9985	Endosulfan	3.5	0.9988
Pencycuron	5.2	0.9973	Fenthion	7.7	0.9991	Propiconazole-2	7.8	0.9989
Dimethoate	6.6	0.9997	Chlorpyrifos	6.7	0.9996	Thenylchlor	3.6	0.9976
Simazine	4.6	0.9988	Fthalide	3.0	0.9990	Pyributicarb	4.9	0.9997
Atrazine	7.4	0.9984	Dimethametryn	5.6	0.9998	Iprodione	6.5	0.9989
Propyzamide	6.7	0.9976	Pendimethalin	5.6	0.9992	Pyridaphenthion	7.3	0.9987
Pyroquilon	2.4	0.9966	Methyldymron	8.3	1.0000	EPN	6.8	0.9990
Diazinon	9.3	0.9996	Isofenphos	11.2	0.9995	Piperophos	8.3	0.9994
Ethylthiomethon	7.3	0.9994	Captan	7.8	0.9999	Anilofos	9.5	0.9992
Chlorothalonil	4.6	0.9983	Phenthoate	3.2	0.9994	Pyriproxyfen	4.5	0.9990
Iprobenfos	4.9	0.9992	Procymidone	3.7	0.9985	Cafenstrole	2.2	1.0000
Bromobutide	4.7	0.9969	Methidathion	3.3	0.9990	Ethofenprox	4.4	0.9978
Terbucarb	5.8	0.9987	Butamifos	5.3	0.9991			

まとめ

GCMS-QP2020を用いて、水素発生装置で生成した水素をキャリアガスとし、農薬59成分を一斉に分析しました。その結果、分析時間を短縮し、農薬を高感度に分析することができました。水素ガス発生装置は、安全性の面、コストの面でも水素ガスの供給源として優れており、真空排気に大容量排気作動システムを採用しているGCMS-QP2020と組み合わせることで、最高のパフォーマンスを発揮することができます。なお、水素ガスへの置き換えは、要求される感度、定量性などが得られることをご確認の上でご使用下さい。

PEAK Scientific社のPrecision H2 Traceは、GC/MSに適した超高純度の水素を供給可能です。また、安全対策として、装置内部にリーク検出機能を有しており、しかもGCオープン内への水素ディテクター(オプション)の接続も可能なため、万が一水素ガスが漏れた場合でも、GCMSを含めたシステム全体が自動停止する為、安全な運用が可能です。

水素ガス取り扱いの注意点については、弊社のホームページをご確認下さい。

<http://www.an.shimadzu.co.jp/gc/support/faq/bombe1.htm>

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著者に帰属しており、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：2016年8月
© Shimadzu Corporation, 2016