

FAST-GC/MSを用いた分析について 農薬分析

Pesticide Analysis using Fast-GC/MS

分析ラボでは、より多くのサンプルを、より安いコストで分析し、分析の生産性を高めることが重要視されています。特に、クロマトグラフィー分析では、分析時間を短縮化することによって生産性を高めることが検討されています。この要請に応えるものとしてFast-GC/MSが注目されています。

島津アプリケーションニュースNo.M189 “FAST-

GC/MSを用いた分析について “スキャン速度の影響” では、FAST-GC/MSにおける質量分析計のスキャン速度の影響についてご紹介しました。本アプリケーションニュースでは、FAST-GC/MSを用いて、スキャン法による農薬分析を行ない、その感度と定量性について検討した結果を報告します。

分析システム、分析条件と分析対象

Instrumentation, Analytical Conditions and Target Compounds

今回使用したFast-GC/MS分析システムの構成と、分析条件を次に示します。

[Fast-GC/MSシステム]

GC/MS : GCMS-QP5050A
(GC : 高速昇温モデル, AFC-17H)
ソフト : Class-5000 V2.2
(Fast-GC/MS対応 Software)
カラム : DB-1
Fast-GC/MS
10m x 0.1mm I.D. df= 0.1 μ m

[分析条件]

Inj. Temp. : 280
Carrier Gas. : 680kPa
Sampling Time (Splitless) : 1.5min
Column Temp. : 60 (1.5min)
-90 /min-170
-20 /min-250 (3min)
Interface Temp. : 280

対象農薬

Peak No.	Name	Peak No.	Name	Peak No.	Name	Peak No.	Name
1	DDVP	9-1	TPN	16	Chlorpyrifos	23	Isoxathion
2	Etridiazole	9-2	Propyzamide	17	Captan	24	Mepronil
3	Chloroneb	10	Diazinon	18	Pendimethalin	25	CNP
4	MCPP methyl ester	11	IBP	19	Isofenphos	26	Pyridaphenthion
5	BPMC	12	Tolclofos-methyl	20-1	Isoprothiolane	27	Iprodione
6	Pencycuron	13	Terbucarb	20-2	Napropamide	28	EPN
7	Bethrodine	14	MEP	21	Butamifos		
8	CAT	15	Benthiocarb	22	Flutolanil		

スキャン法によるトータルイオンクロマトグラム

Total Ion Chromatogram (TIC) with Scanning

Fast-GC/MSでは、サンプルバンド幅を狭くするため注入法としてはスプリット法が一般的に用いられます。今回は、カラムに導入されるサンプル量を多くし感度向上をはかるためにスプリットレス法を用いました。

得られたトータルイオンクロマトグラムをFig.1に示します。スプリット法に比べピーク分離は少々悪くなりました。しかし、検出器としてMSを使用し選択的なイオンを使って定量する上では問題ありませんでした。

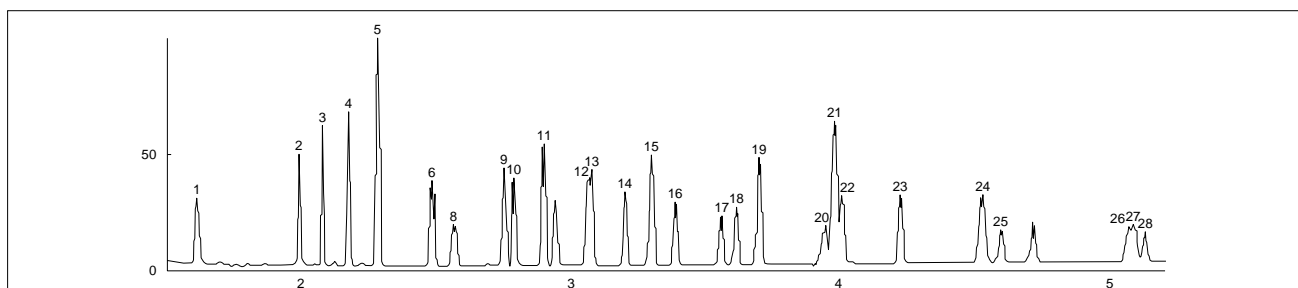


Fig.1 トータルイオンクロマトグラム
Total Ion Chromatogram

スキャン法による感度

Sensitivity of Scan Mode

スキャン法での感度を確認するため、S/Nが3になる化合物の絶対量を算出した結果をTable 1に示します。

Table 1 各農薬の感度
Sensitivity

Peak No	Name	S/N=3(pg)	Peak No	Name	S/N=3(pg)	Peak No	Name	S/N=3(pg)
1	DDVP	4.4	10	Diazinon	13.8	20-1	Isoprothiolane	9.2
2	Etridiazole	6.3	11	IBP	6.0	20-2	Napropamide	9.8
3	Chloroneb	3.5	12	Tolclofos-methyl	1.5	21	Butamifos	36.0
4	MCPP methyl ester	3.3	13	Terbucarb	1.2	22	Flutolanil	1.4
5	BPMC	2.9	14	MEP	21.9	23	Isoxathion	47.9
6	Pencycuron	2.1	15	Benthiocarb	1.9	24	Mepronil	4.9
7	Bethrodine	3.8	16	Chlorpyrifos	6.1	25	CNP	39.3
8	CAT	4.7	17	Captan	39.7	26	Pyridaphenthion	33.6
9-1	TPN	5.1	18	Pendimethalin	32.6	27	Iprodione	20.6
9-2	Propyzamide	12.0	19	Isofenphos	9.8	28	EPN	41.3

S/N=3になる絶対量を算出

スキャン法による直線性

Calibration Curve

エトリジアゾール、シマジン (CAT)、ベンチオカーブとイプロジオンについて、10 50 100 200と500 μ g/Lの標準試料を分析し得られた検量線をFig.2に示します。ここに示した以外の農薬の検量線についても良好な直線性が得られました。

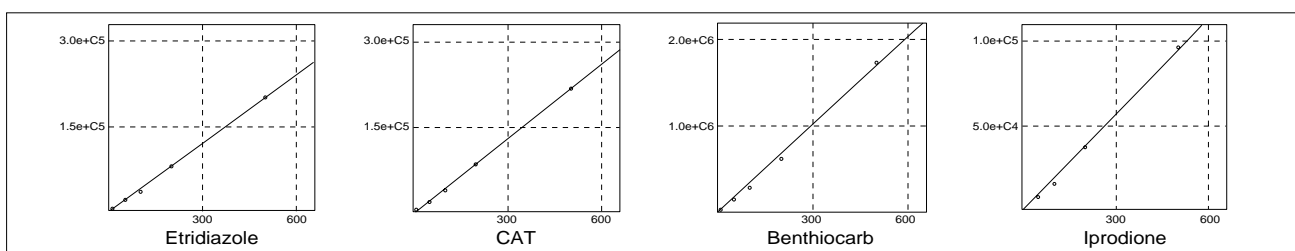


Fig.2 検量線 (10 ~ 500 μ g/L)
Calibration Curves (10 ~ 500 μ g/L)

スキャン法による繰り返し分析精度

Repeatability

200 μ g/Lの標準試料を繰り返し5回分析し得られた繰り返し分析精度をTable 2に示します。全ての成分に関してCV値で8%以下の値が得られました。

Table 2 繰り返し分析精度 (200pg注入, n=5)
Repeatability (200pg n=5)

Peak No	Name	CV値 (%)	Peak No	Name	CV値 (%)	Peak No	Name	CV値 (%)
1	DDVP	1.04	10	Diazinon	3.90	20-1	Isoprothiolane	2.83
2	Etridiazole	5.22	11	IBP	4.64	20-2	Napropamide	4.31
3	Chloroneb	3.85	12	Tolclofos-methyl	1.91	21	Butamifos	5.24
4	MCPP methyl ester	7.44	13	Terbucarb	3.77	22	Flutolanil	0.99
5	BPMC	3.28	14	MEP	5.50	23	Isoxathion	5.54
6	Pencycuron	5.28	15	Benthiocarb	0.50	24	Mepronil	3.03
7	Bethrodine	5.47	16	Chlorpyrifos	5.46	25	CNP	4.68
8	CAT	3.47	17	Captan	4.63	26	Pyridaphenthion	4.60
9-1	TPN	7.20	18	Pendimethalin	7.42	27	Iprodione	5.29
9-2	Propyzamide	2.12	19	Isofenphos	4.70	28	EPN	5.16

まとめ

Summary

Fast-GC/MSを使って農薬分析を行ないました。感度を向上させるため注入法としてはスプリットレス法を用いました。その結果、スプリット法に比べピーク分離は少々悪くなりましたが、検出器としてMSを使用し選択的なイオンを使って定量する上では問題はありませんでした。検量線に関しては良好な直線性が得られました。また、

繰り返し分析精度に関してもCV値 (n=5) で全ての成分に関して約8%以下の値が得られました。

今回はスキャン法による検討を行ないましたが、選択イオンモニタ法 (SIM法) を使用するとさらなる感度向上が図れます。

初版発行：1999年12月

 **島津製作所** 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号 (075) 813-1691

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。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。