

Application Data Sheet

No.83

GC-MS

Gas Chromatograph Mass Spectrometer

GC-MSを用いた水素キャリアガスによる 農薬66種の一斉分析

Simultaneous analysis of 66 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、ヘリウムガスの供給不足や価格の高騰が世界的に問題となり、その対策が課題になっています。これらの課題に対応するため、代替のキャリアガスとして水素ガスの利用が期待されています。

本アプリケーションデータシートでは、農薬66種混合標準試料の一斉分析において、水素キャリアガスの適用性を差動真空排気システムを備えたGCMS-QP2010 Ultraを用いて検討しました。

実験

農薬標準試料(和光純薬工業株式会社)をジクロロメタンで希釈して0.005, 0.5 mg/Lの混合標準溶液を作成しました。分析条件をTable 1に示します。

Table 1 分析条件

GC-MS	:GCMS-QP2010 Ultra		
カラム	:Rtx®-5MS [長さ 30 m, 0.25 mm I.D., df = 0.25 µm] (島津GLC, P/N:12623)		
ガラスインサート	:Custom SkyLiner, Splitless (島津GLC, P/N:567366)		
[GC]		[MS]	
気化室温度	:250 °C	インターフェース温度	:250 °C
カラムオープン温度	:80 °C(2分)→(20 °C/分)→180 °C→(5 °C/分)→280 °C(3分)	イオン源温度	:230 °C
注入モード	:スプリットレス	[Scan条件]	
キャリアガス制御	:線速度一定(65 cm/秒)	開始m/z - 終了m/z	:m/z 70 - 360
注入量	:2 µL	イベント時間	:0.5秒
サンプリング時間	:2 分	[SIM条件]	
高圧注入	:250 kPa(2.3分)	モニターイオン	:下記参照
		イベント時間	:0.3秒

SIMモニタリングm/z

Compound Name	m/z	Compound Name	m/z	Compound Name	m/z	Compound Name	m/z
Dichlorvos	185.0 109.0	Chlorothalonil	266.0 264.0	Pendimethalin	252.0 281.0	Chloronitrofen	319.0 317.0
Dichlobenil	171.0 173.0	Iprobenfos	204.0 91.0	Methyl dymron	107.0 119.0	Edifenphos	310.0 109.0
Etridiazole	213.0 211.0	Bromobutide	120.0 119.0	Isofenphos	213.0 185.0	Propiconazole-1	259.0 261.0
Chloroneb	193.0 191.0	Terbucarb	220.0 205.0	Captan	79.0 117.0	Endosulfan	272.0 274.0
Isoproc carb	136.0 121.0	Simetryn	213.0 170.0	Dimepiperate	145.0 119.0	Propiconazole-2	259.0 261.0
Molinate	126.0 98.0	Tolclofos-methyl	265.0 125.0	Procymidone	96.0 283.0	Thenylchlor	127.0 288.0
Fenobucarb	150.0 121.0	Alachlor	188.0 160.0	Methidathion	145.0 85.0	Pyributicarb	165.0 108.0
Trifluralin	306.0 290.0	Metalaxyl	206.0 160.0	alpha-Endosulfan	241.0 195.0	Iprodione	314.0 316.0
Benfluralin	292.0 276.0	Dithiopyr	354.0 306.0	Butamifos	286.0 200.0	Pyridaphenthion	340.0 199.0
Pencycuron	125.0 180.0	Fenitrothion	277.0 260.0	Naproramide	128.0 72.0	EPN	157.0 169.0
Dimethoate	125.0 87.0	Esprocarb	91.0 222.0	Flutolanil	173.0 281.0	Piperophos	122.0 140.0
Simazine	201.0 186.0	Malathion	173.0 93.0	Isoprothiolane	189.0 118.0	Bifenox	310.0 343.0
Atrazine	215.0 200.0	Thiobencarb	100.0 72.0	Pretilachlor	238.0 262.0	Pyriproxyfen	136.0 226.0
Propyzamide	175.0 173.0	Fenthion	278.0 125.0	Buprofezin	105.0 175.0	Mefenacet	192.0 120.0
Pyroquilon	130.0 173.0	Chlorpyrifos	314.0 197.0	Isoxathion	177.0 105.0	Cafenstrole	100.0 188.0
Diazinon	304.0 179.0	Phthalide	243.0 241.0	beta-Endosulfan	195.0 241.0		
Disulfoton	89.0 97.0	Dimethametryn	212.0 255.0	Mepronil	119.0 269.0		

分析結果

水素キャリアガスを使用すると、マススペクトルのパターンが変化する化合物があることが報告されています。0.5 mg/Lの試料をスキャン測定し、マススペクトルを確認しました。参考としてDichlorvosのマススペクトルをFig. 1に示します。今回の測定対象成分についてはマススペクトルのパターンに変化は認められませんでした。

水素キャリアガスを使用すると、ヘリウムキャリアガスより感度が低下することが報告されています。0.005 mg/Lの試料をSIM測定し、ヘリウムキャリアガスと水素キャリアガスのS/N比を比較しました。全ての成分で水素キャリアガスのS/N比が低くなりました。その原因は主にクロマトグラムのベースラインが高くなるためでした。特にS/N比が低下したDichlorvosのSIMマスキングクロマトグラムをFig. 2に示します。

濃度0.005 mg/Lにおける繰り返し再現性(n=5)の結果をTable 2に示します。全ての成分で%RSDは10%以下でした。

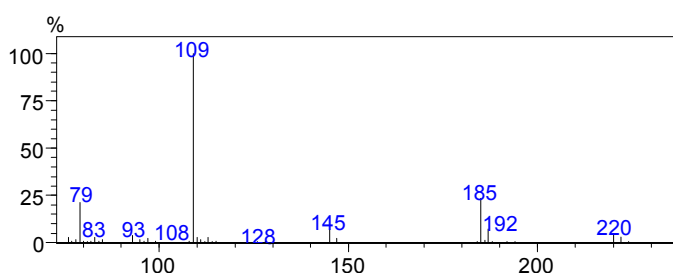
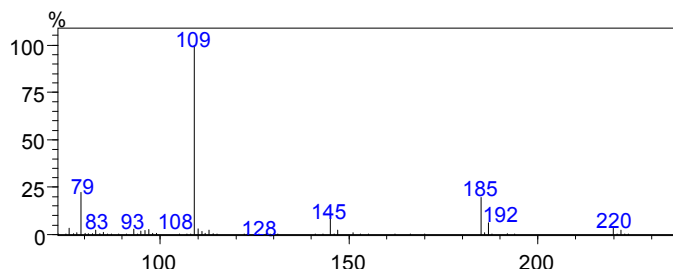


Fig. 1 Dichlorvos 0.5 mg/Lのマススペクトル
(上: 水素キャリアガス、下: ヘリウムキャリアガス)

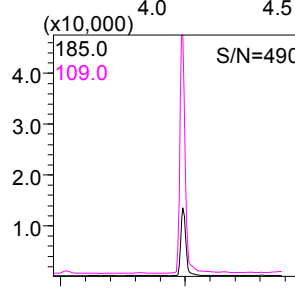
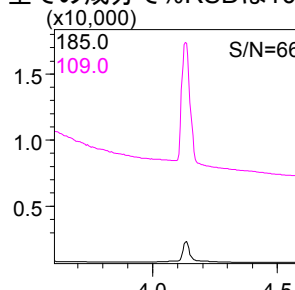


Fig. 2 Dichlorvos 0.005 mg/LのSIMマスキングクロマトグラム
(上: 水素キャリアガス、下: ヘリウムキャリアガス)

Table 2 繰り返し再現性(n=5, 0.005 mg/L)

Compound Name	%RSD	Compound Name	%RSD	Compound Name	%RSD	Compound Name	%RSD
Dichlorvos	3.96	Chlorothalonil	1.67	Pendimethalin	4.70	Chloronitrofen	4.18
Dichlobenil	2.19	Iprobenfos	7.26	Methyl dymron	4.93	Edifenphos	7.76
Etridiazole	2.47	Bromobutide	3.79	Isofenphos	8.79	Propiconazole-1	7.72
Chloroneb	2.61	Terbucarb	5.08	Captan	6.86	Endosulfan	3.28
Isoprocarb	4.12	Simetryn	5.60	Dimepiperate	7.67	Propiconazole-2	7.08
Molinate	1.04	Tolclofos-methyl	2.59	Procymidone	6.65	Thenylchlor	3.85
Fenobucarb	3.34	Alachlor	5.80	Methidathion	5.84	Pyributicarb	5.60
Trifluralin	1.44	Metaxyl	8.22	alpha-Endosulfan	9.82	Iprodione	4.20
Benfluralin	2.04	Dithiopyr	1.67	Butamifos	8.81	Pyridaphenthion	6.36
Pencycuron	3.25	Fenitrothion	5.68	Naproramide	9.34	EPN	7.40
Dimethoate	3.68	Esprocarb	7.13	Flutolanil	3.51	Piperophos	8.33
Simazine	6.79	Malathion	7.01	Isoprothiolane	9.47	Bifenox	9.05
Atrazine	5.35	Thiobencarb	2.40	Pretilachlor	7.38	Pyriproxyfen	1.71
Propyzamide	4.82	Fenthion	4.63	Buprofezin	9.01	Mefenacet	6.06
Pyroquilon	3.94	Chlorpyrifos	6.57	Isoxathion	3.54	Cafenstrole	7.55
Diazinon	7.06	Phthalide	2.41	beta-Endosulfan	2.97		
Disulfoton	7.54	Dimethametryn	2.80	Mepronil	5.13		

まとめ

農薬66種類の一斉分析に関して水素キャリアガスの適用性を検討した結果、マススペクトルのパターンに変化は認められませんでした。しかし、ヘリウムキャリアガスと比較して流量が増加するため、ベースラインが高くなり感度低下が認められました。しかし、差動真空排気システムを備えたGCMS-QP2010 Ultraは十分適用可能な感度であることが明らかとなりました。なお、水素ガスへの置き換えは、要求される感度、定量性を確認の上で御利用下さい。

水素ガスは可燃性があるため、取り扱いには十分注意していただく必要があります。安全対策については、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。