

## ガスクロマトグラフ三連四重極質量分析計を使用した水道規制農薬の一斉分析に関する検討

関連製品: 質量分析計 (MS)

### 概要

飲料水中の農薬類については、水質管理上留意すべき項目として114種類が測定対象となっている。今回、分析方法として固相抽出-GC/MS法が採用されている農薬類のうち81種類について、GC-MS/MSであるJMS-TQ4000を用いて測定を試みたので結果を報告する。

### 実験

測定試料は、富士フイルム和光純薬株式会社製の水道農薬向けの混合標準液である水質1-2と水質2を使用した。測定には、水質1-2と水質2を混合したものを準備し、それを段階的に希釈して1、5、10、50、100 $\mu\text{g/L}$ の標準溶液を調整した。内部標準物質には、9-ブロモアントラセン、アントラセン-d10、クリセン-d12を使用した。また、Analyte Protectants にはPEG300を用いた。今回は標準溶液中の81成分の農薬について感度と検量線の直線性を検討した。今回使用した測定条件をTable1.に示す。



GC Triple Quadrupole Mass Spectrometer  
"JMS-TQ4000"

Table1. Measurement condition

Column	VF-5ms (Agilent社製) Length=30m, ID=0.25mm, df=0.25 $\mu\text{m}$
Injection mode	Pulsed Splitless
Pulsed Press.	200kPa
Injection Volume	2 $\mu\text{L}$
Injection Temp.	250 $^{\circ}\text{C}$
Column Oven Temp.	50 $^{\circ}\text{C}$ (1min) $\rightarrow$ 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ $\rightarrow$ 140 $^{\circ}\text{C}$ (0min) $\rightarrow$ 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ $\rightarrow$ 280 $^{\circ}\text{C}$ (10min)
Column Flow	1mL/min
Ion source temperature	280 $^{\circ}\text{C}$
Interface temperature	300 $^{\circ}\text{C}$
Acquisition method	SIM

得られた測定結果の中から、目標値の設定濃度が低いクロルニトロフェン(目標値: 0.1 $\mu\text{g/L}$ )とピペロホス(目標値: 0.9 $\mu\text{g/L}$ )の検量線データと1 $\mu\text{g/L}$ のSRMクロマトグラムをFigure1.に示す。クロルニトロフェンは、規制対象の農薬類の中で目標値が最も低く、通知法に準拠した500倍濃縮の前処理を経ても最終的な検液の濃度は0.5 $\mu\text{g/L}$ と極めて低濃度である。今回測定した濃度は、その2倍の濃度であるが、十分な感度で検出出来ると同時に、検量線の直線性も良好であった。

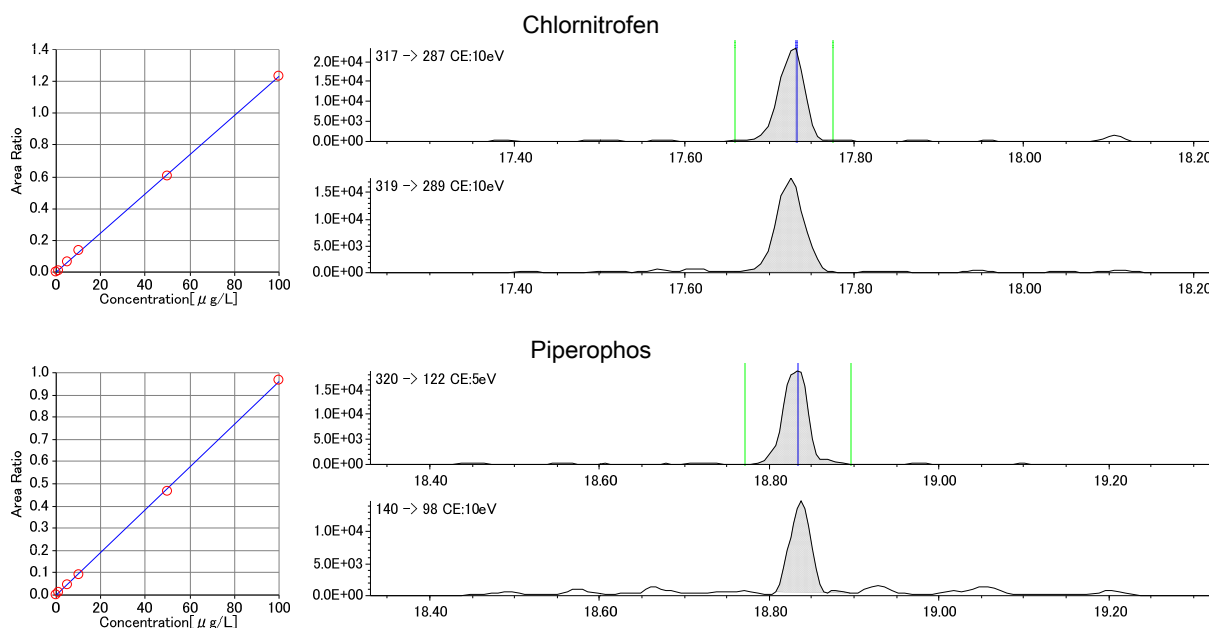


Figure1. Calibration curves (1-100ppb) and SRM chromatograms for 1ppb data

すべての標準溶液を測定した際の検量線の相関係数と、5µg/Lの標準溶液を5回連続で測定した際の変動係数をTable2.に示した。測定した全ての成分については、検量線の相関係数は0.99以上、5µg/Lの変動係数は20%以下という良好な結果が得られた。

Table2. Calibration curve information for 81 pesticides (82 component) using 1, 5, 10, 50 and 100 ppb standard solutions (n=5 each)

#	Name	R.T.	r	Quantitative Transition		#	Name	R.T.	r	Quantitative Transition	
1	Epn	18.84	0.9999	169	> 141	44	Napropamide	16.17	0.9999	128	> 72
2	Epn oxon	18.01	0.9992	141	> 77	45	Bifenox	19.13	0.9998	341	> 310
3	Atrazine	12.23	0.9996	215	> 200	46	Piperphos	18.83	0.9999	320	> 122
4	Anilofos	19.10	0.9994	226	> 184	47	Pyridafenthion	18.61	0.9999	340	> 199
5	Alachlor	13.71	0.9999	188	> 160	48	Pyributicarb	18.48	0.9997	165	> 108
6	Isoxathion	16.77	0.9999	177	> 130	49	Pyriproxyfen	19.58	0.9999	136	> 96
7	Isoxathion oxon	16.27	0.9996	161	> 105	50	Pyroquilone	12.74	0.9998	173	> 130
8	Isofenphos	15.25	0.9997	213	> 185	51	Fenitrothion	14.19	0.9999	277	> 260
9	Isofenphos oxon	14.61	0.9999	229	> 201	52	Fenitrothion oxon	13.44	0.9994	244	> 109
10	Isoproc carb	9.99	0.9992	136	> 121	53	Fenobucarb	10.72	0.9996	150	> 121
11	Isoprothiolane	16.29	0.9999	189	> 145	54	Fenthion	14.57	0.9998	278	> 245
12	Iprodione	18.62	0.9997	314	> 245	55	Fenthion sulfoxide	17.09	0.9977	278	> 109
13	Iprobenfos	13.13	0.9999	204	> 91	56	Fenthion sulfone	17.17	0.9993	310	> 105
14	Esprocarb	14.34	0.9997	222	> 162	57	Mpp oxon	13.93	0.9999	262	> 247
15	Edifenphos	17.81	0.9992	173	> 109	58	Fenthion oxon sulfoxide	16.46	0.9993	278	> 263
16	Étofenprox	22.35	0.9997	163	> 107	59	Fenthion oxon sulfone	16.52	0.9989	294	> 215
17	Étridiazole	9.14	0.9998	211	> 183	60	Phenthoate	15.41	0.9993	274	> 246
18	Endosulfan sulfate	17.95	0.9996	272	> 237	61	Fthalide	14.95	0.9988	243	> 215
19	Cafenstrole	21.29	0.9995	100	> 72	62	Butamifos	16.02	0.9999	286	> 202
20	Captan	15.58	0.9997	79	> 77	63	Butamifos oxon	15.53	0.9999	244	> 216
21	Chlornitrofen	17.73	0.9997	317	> 287	64	Buprofezin	16.54	0.9998	175	> 132
22	Chlorpyrifos	14.47	0.9999	197	> 169	65	Flutolanil	16.13	0.9996	323	> 281
23	Chlorpyrifos oxon	14.34	0.9999	298	> 242	66	Pretilachlor	16.25	0.9998	162	> 147
24	Chlorothalonil	12.83	0.9993	264	> 229	67	Procymidone	15.53	0.9998	96	> 67
25	Chloroneb	9.69	0.9997	206	> 191	68	Propiconazole-1	17.80	0.9991	173	> 145
26	Dichlobenil	8.09	0.9993	171	> 136	69	Propiconazole-2	17.89	0.9995	173	> 145
27	Dichlorvos	7.03	0.9994	109	> 79	70	Propyzamide	12.57	0.9988	173	> 145
28	Disulfoton	12.85	0.9999	88	> 60	71	Bromobutide	13.57	0.9999	119	> 91
29	Dithiopyr	13.89	0.9996	306	> 286	72	Pencycuron	11.64	0.9997	180	> 125
30	Simazine	12.16	0.9996	201	> 173	73	Pendimethalin	15.12	0.9997	252	> 162
31	Dimethametryn	15.23	0.9993	212	> 122	74	Benfluralin	11.29	0.9998	292	> 264
32	Dimethoate	12.04	0.9992	93	> 63	75	Malathion	14.30	0.9999	127	> 99
33	Simetryn	13.80	0.9998	213	> 170	76	Malaoxon	13.57	0.9999	127	> 99
34	Dimepiperate	15.56	0.9998	119	> 91	77	Metalaxyl	13.84	0.9994	160	> 145
35	Diazinon	12.57	0.9997	304	> 179	78	Methidathion	15.76	0.9997	145	> 85
36	Diazinon oxon	12.29	0.9999	273	> 137	79	Methyl daimuron	15.56	0.9998	119	> 91
37	Thiobencarb	14.53	0.9999	100	> 72	80	Mefenacet	19.72	0.9987	192	> 136
38	Thenylchlor	18.12	0.9996	288	> 141	81	Mepronil	17.45	0.9987	119	> 91
39	Terbucarb	13.45	0.9989	220	> 205	82	Molinate	10.14	0.9997	187	> 126
40	Trichlorfon	9.23	0.9985	145	> 109	83	9-bromoanthracene	16.14		256	> 177
41	Trifluralin	11.23	0.9999	306	> 264	84	Anthracene-d10	12.91		188	> 160
42	Tolclofos-methyl	13.74	0.9999	265	> 250	85	Chrysene-d12	19.00		240	> 212
43	Tolclofos-methyl oxon.	13.37	0.9995	249	> 199						

Copyright © 2019 JEOL Ltd.

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。



本社・昭島製作所  
〒196-8558 東京都昭島市武蔵野3-1-2 TEL:(042) 543-1111(大代表) FAX:(042) 546-3353  
www.jeol.co.jp ISO 9001・ISO 14001 認証取得

▼ 支店はこちら



東京事務所 〒100-0004 東京都千代田区大手町2丁目1番1号 大手町野村ビル 業務統括本部 TEL:03-6262-3564 FAX:03-6262-3589 ブランドコミュニケーション本部 TEL:03-6262-3560 FAX:03-6262-3577  
SI営業本部 SI販売室 TEL:03-6262-3567 FAX:03-6262-3577 ソリューション推進室 TEL:03-6262-3566 産業機器営業部 TEL:03-6262-3570 SE営業部 TEL:03-6262-3569  
MEソリューション販売室 TEL:03-6262-3571