

水素キャリアガスを使用したGC-MS法による農薬類の分析

関連製品：質量分析計(MS)

1.はじめに

GCのキャリアガスとして広く使われているヘリウム(He)は、様々な事情により、一時的な価格の上昇やその供給状態の不安定化等の問題を抱えることがあり、供給の遅滞等が発生した場合には代替ガスとして別種のキャリアガスの使用検討が必要になる。代替ガスとして主に水素と窒素が検討されており、特に水素は最適な分離を行える線速度域が広く、GCのキャリアガスとして適している。今回、水質汚濁に係る環境基準の対象農薬であるシマジンとチオベンカルブを水素キャリアガスで測定した。結果、検量線の直線性と定量下限における再現性について良好な結果が得られたので本報において紹介する。

2.実験

サンプルは、シマジンとチオベンカルブを濃度0.01、0.05、0.1、0.2mg/Lに調製した試料を検液とした。測定はガスクロマトグラフ四重極質量分析計「JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zeta」を用いた。測定条件をTable 1に示す。この測定条件で検量線を作成し、0.01mg/Lのサンプルを試行回数n=5で連続測定し変動係数を算出した。



ガスクロマトグラフ四重極質量分析計
JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zeta

Table 1. Measurement Condition

Parameter		Value
GC	Column	VF-5ms (Agilent Technologies, Inc.), length 30m, inner diameter 0.25mm, film thickness 0.25μm
	Oven temp.	50°C(1min)→20°C/min→300°C(1min), Total 14.5min
	Injection port temp.	250°C
	Injection mode, Volume	Pulsed Splitless, 1μL
	Pulsed press	200kPa
	Purge flow, Purge time	50mL/min, 1min
	Column flow (Hydrogen)	1.5mL/min, Constant flow
MS	Interface temp.	300°C
	Ion source temp.	280°C
	Ionization	EI(70eV, 50μA)
	Acquisition mode	SIM
	Monitor ion	Simazine(<i>m/z</i> 201, 186, 173), Thiobencarb(<i>m/z</i> 100, 72, 125)

3.測定結果

3.1. マススペクトルの確認

水素キャリアガスで取得したシマジン、チオベンカルブのマススペクトル(上段)とライブラリースペクトル(下段)をFigure 1に示す。両者におけるライブラリーサーチの一致率は850以上(最大999)でマススペクトルに大きな違いは見られなかった。

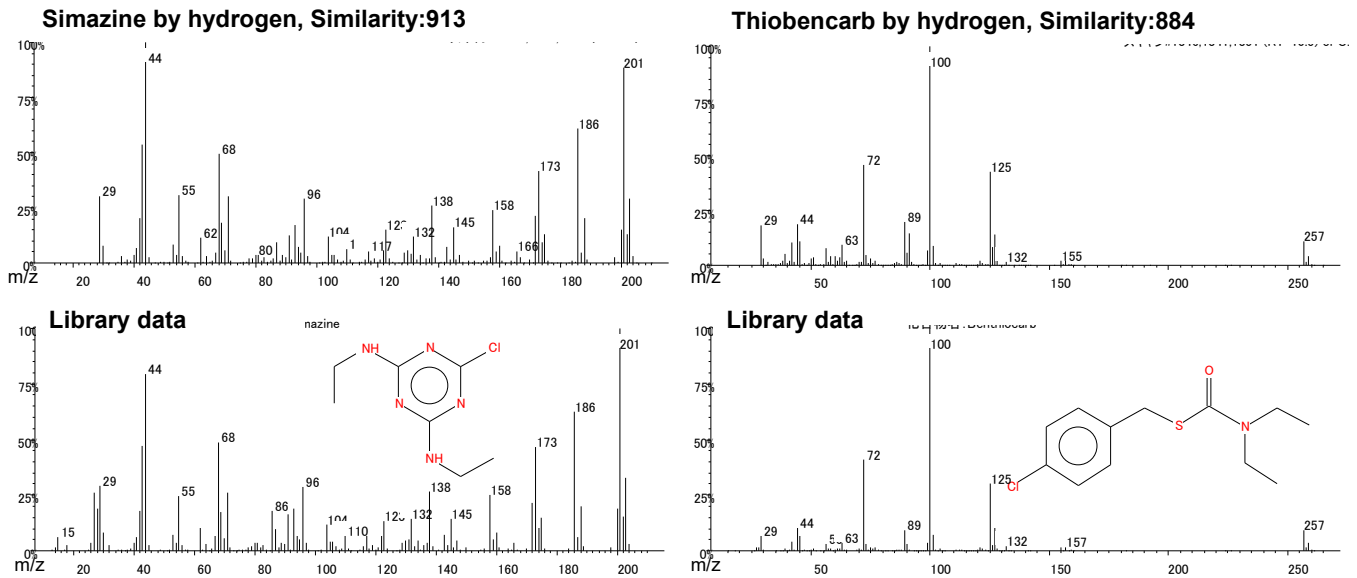


Figure 1. Mass spectrum of Simazine and Thiobencarb acquired by hydrogen carrier gas(upper), and NIST Library data(lower)

3.2.検量線及び再現性の確認

シマジン、チオベンカルブの検量線をFigure 2に示す。検量線の直線性については、相関係数が0.999以上であった。0.01mg/Lのサンプルをn=5で連続測定した際のSIMクロマトグラムと定量値の変動係数をFigure 3とTable 2にそれぞれ示した。シマジン、チオベンカルブともに10%以下の変動係数が得られた。シマジン、チオベンカルブの環境基準は、最も低いシマジンで0.003mg/Lであり、昭和46年環境庁告示第59号、付表6に基づく固相抽出-GC-MS法における濃縮倍率を想定すると、基準値の1/10以下が測定可能であることが確認できた。

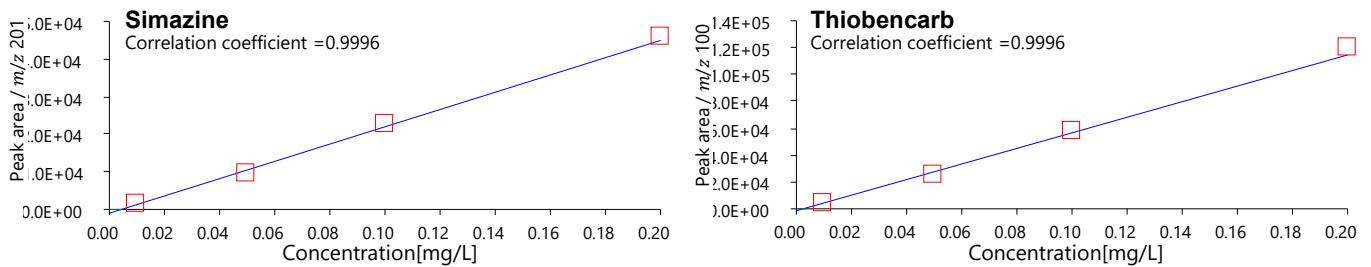


Figure 2. Calibration curve of Simazine and Thiobencarb

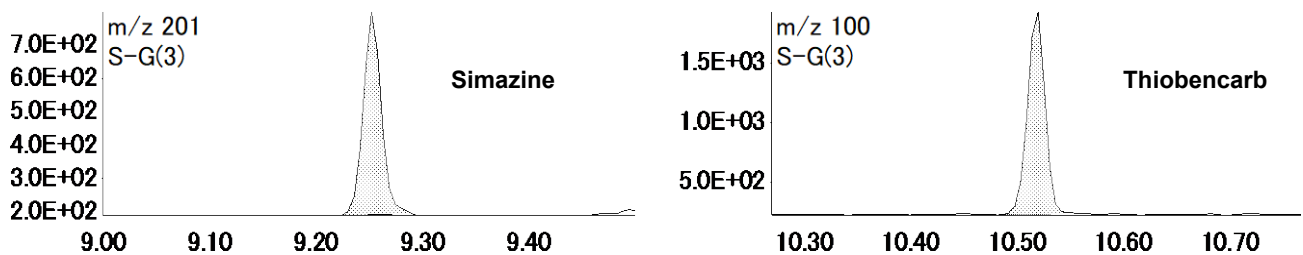


Figure 3. SIM chromatogram of Simazine and Thiobencarb at 0.01mg/L concentration by Hydrogen

Table 2. Coefficient variation (C.V.) of Simazine and Thiobencarb at 0.01mg/L

Compound name	Quantitation value(mg/L)					C.V.%
	#1	#2	#3	#4	#5	
Simazine	0.0101	0.0101	0.0092	0.0101	0.0101	4.1
Thiobencarb	0.0099	0.0098	0.0086	0.0099	0.0099	5.9

まとめ

水素キャリアガスを使用して、水質汚濁に係る環境基準の対象農薬であるシマジンとチオベンカルブについて測定を行った結果、基準値の1/10以下が測定可能であることが確認できた。

Copyright © 2022 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ください。

